MANUALE DI ISTRUZIONI

TITOLATORI AUTOMATICI

HI 901 & HI 902

HANNA® instruments

INDICE

Gentile Cliente,

Grazie per aver scelto un prodotto HANNA instruments®.

Questo manuale di istruzione Le fornirà tutte le indicazioni per un corretto uso dei titolatori automatici HI 901 e HI 902. Lo legga attentamente prima di utilizzare l'apparecchiatura.

Per qualsiasi necessità di assistenza tecnica può contattarci tramite e-mail all'indirizzo **assistenza@hanna.it** o telefonando al **numero verde 800-276868**.

1 INTRODUZIONE

HI 901 e HI 902 sono titolatori automatici molto flessibili che forniscono risultati di elevata precisione e ripetibilità.

Questi titolatori sono stati progettati per eseguire una grande varietà di titolazioni potenziometriche, permettendo all'operatore di ottenere ottimi risultati con analisi molto veloci.

Le caratteristiche principali dei titolatori automatici HANNA sono:

Flessibilità	Supportano fino a 10000 metodi di titolazione (standard e definiti dall'utente).
Elevata precisione	Sistema di dosaggio molto preciso (accuratezza inferiore allo 0.1% del volume della buretta). Misure accurate di mV e pH (precisione ± 0.1 mV e ± 0.001 pH). Interpolazione del volume del punto di fine.
Ripetibilità	Potenti algoritmi per la rilevazione del punto di equivalenza (derivata prima e seconda, algoritmi di rilevazione delle derivate, opzione derivate filtrate, intervallo impostabile per la rilevazione del punto di fine). Punto di fine fisso, espresso in mV o pH.
Risultati veloci	Metodi di titolazione standard. Funzione di pre-dosaggio. Dosaggio lineare o dinamico.
Rapporto completo	I risultati sono espressi direttamente nell'unità di misura selezionata. Il grafico della titolazione può essere visualizzato in tempo reale e salvato. Si possono stampare rapporti personalizzati, salvarli su floppy disk o trasferirli a PC attraverso porta seriale RS232. Le informazioni relative al campione e la data sono incluse nel rapporto.
Misure dirette	Il titolatore può anche essere utilizzato per eseguire misure precise di mV, pH e temperatura. Per le misure dirette è disponibile un rapporto di registrazione dei dati.
Funzioni GLP	Fino a 5 punti di taratura per l'elettrodo pH. Messaggi di avviso per l'invecchiamento del titolante e la scadenza della calibrazione. Campi disponibili per annotazioni specifiche.
Ampio display grafico	Display grafico in bianco e nero da 7.5" con retroilluminazione. Testi e grafici di facile visualizzazione. Molte informazioni su ogni schermata.
Funzioni autodiagnostiche e guida in linea	Una guida in linea è sempre disponibile semplicemente premendo il tasto "?". Funzioni autodiagnostiche per le periferiche esterne, come pompe, valvole, burette e agitatore. Gestione degli errori con opportuni messaggi di avviso. Metodi predefiniti per la risoluzione dei problemi di titolazione.

Questo manuale fornisce informazioni per l'installazione e l'uso del titolatore, sottolineando riferimenti e consigli per operazioni corrette.

Prima di iniziare a lavorare con il titolatore, si consiglia di prendere confidenza con le sue varie funzionalità.

Capitolo 2. Indice

2 INSTALLAZIONE

2.1 Esame preliminare

Il titolatore e gli accessori in dotazione sono spediti in un'unica scatola contenente:

	DESCRIZIONE	QUANTITÀ
1	Titolatore (HI 901 o HI 902)	1
2	Assemblaggio pompa	1
3	Assemblaggio buretta.	1
	• Buretta (siringa da 25 ml)	
	• Tubo di aspirazione con guaina blu di protezione	
	• Tubo di dosaggio con puntale e guaina blu di protezione	
	• Attrezzo per fissaggio della valvola e rimozione del tappo della buretta	
	• Schermo di protezione dalla luce per reagenti fotosensibili	
4	Base e asta di supporto per agitatore, con collare e vite di posizionamento	1
5	Copertura per supporto buretta non utilizzato	1
6	Viti di fissaggio di pompa e buretta con testa in plastica	2
9	Sonda di temperatura	1
10	Cappuccio per connettore BNC	1
11	Cavo di alimentazione	1
12	Cavo seriale per collegamento a PC	1
13	Raccoglitore con manuale di istruzioni	1
14	Dischetto di configurazione del titolatore	1
15	Software applicativo per PC	1

Per le immagini, vedi **Appendice 4**, sezione **A 4.3 Componenti del titolatore**.

Se qualche componente manca o risulta danneggiato, contattate immediatamente il vostro rivenditore o l'ufficio HANNA più vicino.

Nota: *conservare l'imballaggio fino a quando non si è sicuri che l'apparecchiatura funzioni correttamente. Qualsiasi prodotto difettoso deve essere restituito nell'imballo originale completo di tutti gli accessori forniti.*

2.2 Misure di sicurezza

Attenersi alle seguenti misure di sicurezza:

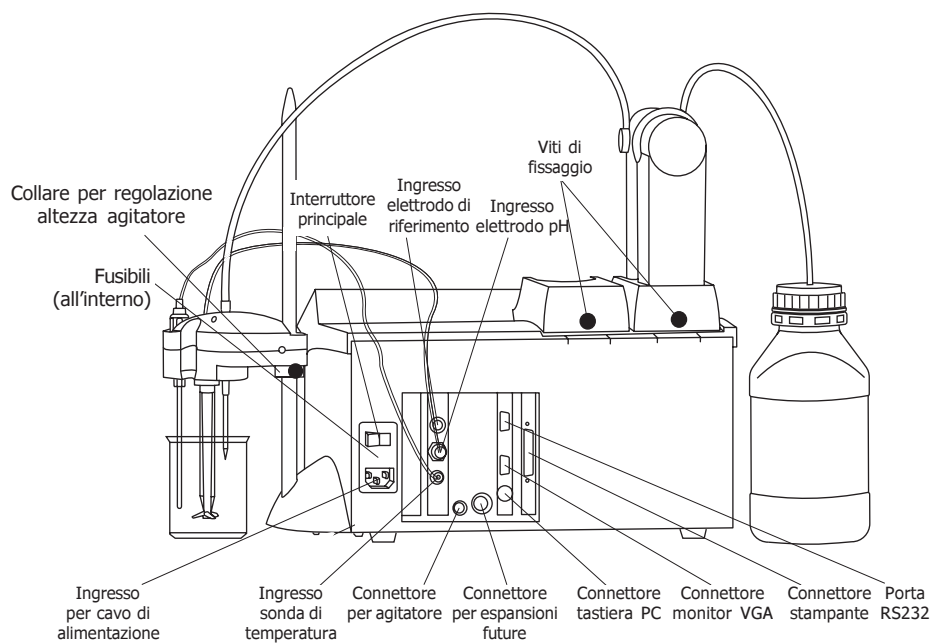
1. Assicurarsi sempre che il cavo di alimentazione sia collegato ad una presa con messa a terra.
2. Non collegare o scollegare mai la pompa con lo strumento acceso.
3. Verificare che la buretta e i tubi di aspirazione e dosaggio siano montati correttamente (per maggiori dettagli vedere la sezione *9.1 Manutenzione della buretta*).
4. Controllare sempre che la bottiglia del titolante ed il beaker per la titolazione siano ben appoggiati su una superficie piana.
5. Pulire sempre immediatamente qualsiasi schizzo o perdita di liquidi.
6. Evitare di lavorare nelle seguenti condizioni ambientali:
    - Pesanti vibrazioni
    - Luce solare diretta
    - Umidità atmosferica relativa superiore al 95%
    - Temperature ambientali inferiori a 10°C e superiori a 40°C
    - Pericolo di esplosione
7. Far eseguire la manutenzione solo da personale tecnico qualificato.

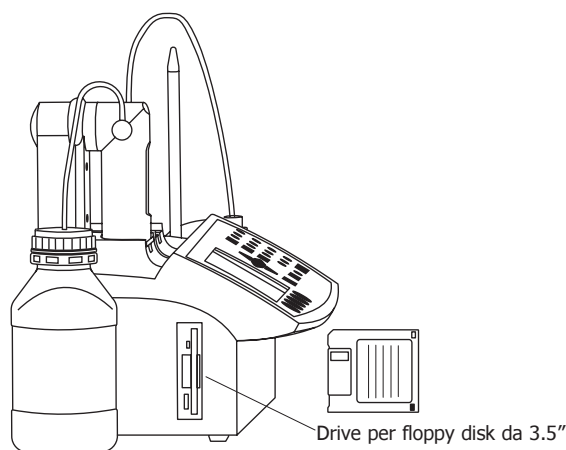
2.3 Preparazione dell'apparecchiatura

2.3.1 Pannello frontale

Tubo di aspirazione (ingresso titolante)
Tubo di dosaggio (uscita titolante)
Assemblaggio buretta
Assemblaggio pompa
Coperchio per supporto buretta inutilizzato
Collare di posizionamento
Asta di supporto per agitatore
Agitatore
Bottiglia titolante
NaOH 0.1 M
Elettrodo pH
Sonda di temperatura
Beaker in vetro
Drive per floppy disk
Base di supporto per agitatore
Puntale di dosaggio
Elica dell'agitatore

2.3.2 Pannello posteriore

Viti di fissaggio
Collare per regolazione altezza agitatore
Interruttore principale
Ingresso elettrodo di riferimento
Ingresso elettrodo pH
Fusibili (all'interno)
Ingresso per cavo di alimentazione
Ingresso sonda di temperatura
Connettore per agitatore
Connettore per espansioni future
Connettore tastiera PC
Connettore monitor VGA
Connettore stampante
Porta RS232

2.3.3 Pannello laterale sinistro

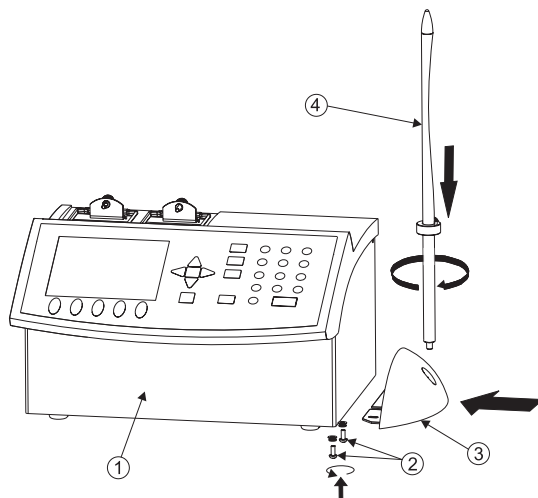
Drive per floppy disk da 3.5″

2.3.4 Assemblaggio del titolatore

Nota: *completare tutte le operazioni di assemblaggio prima di collegare il titolatore all'alimentazione esterna!*

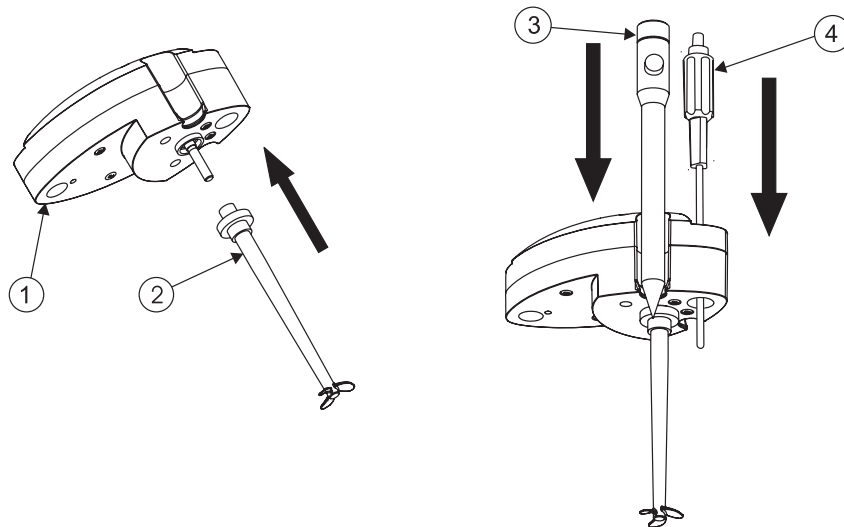
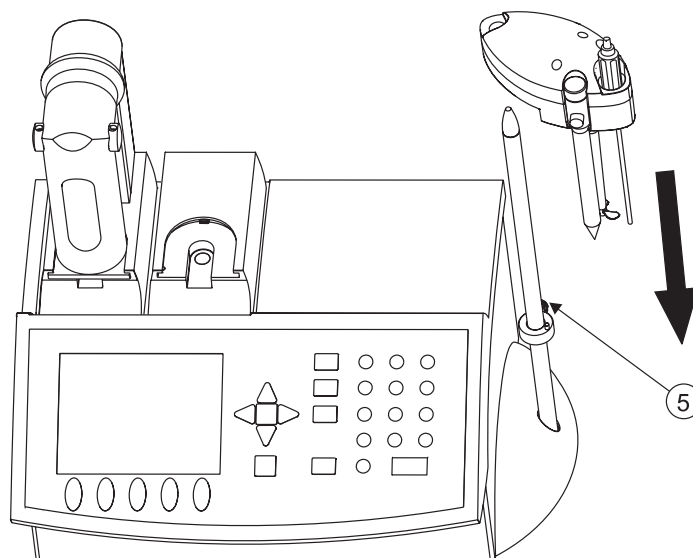
2.3.4.1 Assemblaggio della base e dell'asta di supporto dell'agitatore

Per montare l'agitatore procedere come segue:

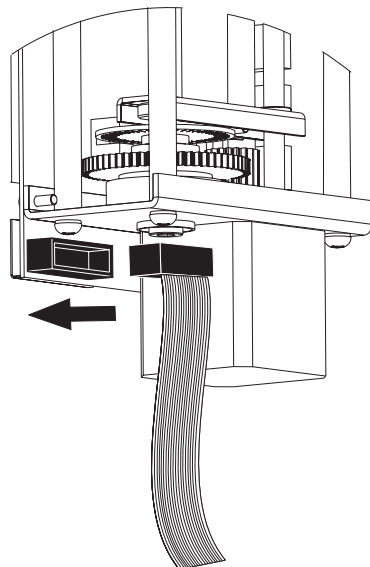
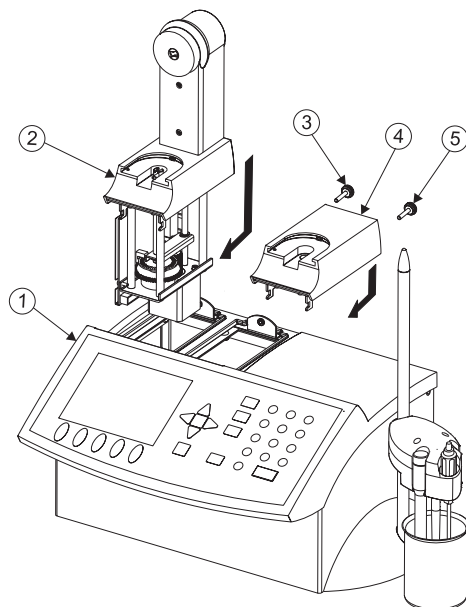
- Togliere le viti (2) dal telaio del titolatore (1).
- Montare la base dell'agitatore (3) al titolatore controllando che sia ben appoggiato alla parete laterale del titolatore.
- Fissare la base di supporto (3) usando le viti (2) precedentemente recuperate.
- Avvitare l'asta di supporto (4) alla base (3).

4
1
2
3

2.3.4.2 Montaggio dell'agitatore

Per montare l'agitatore sul titolatore procedere come segue:

- Attaccare l'elica (2) all'agitatore (1) facendo pressione lungo l'asta.
- Inserire l'elettrodo pH (3) e la sonda di temperatura (4) negli appositi fori sul corpo dell'agitatore, spingendoli fino a che risultano saldamente posizionati.

- Far scorrere l'agitatore lungo l'asta di supporto e regolare l'altezza fissando la vite sul collare di posizionamento (5).

2.3.4.3 Montaggio della pompa

Per collegare la pompa procedere come segue:

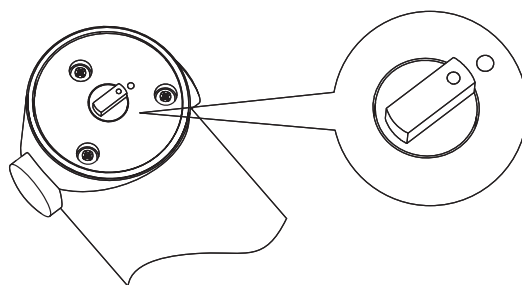
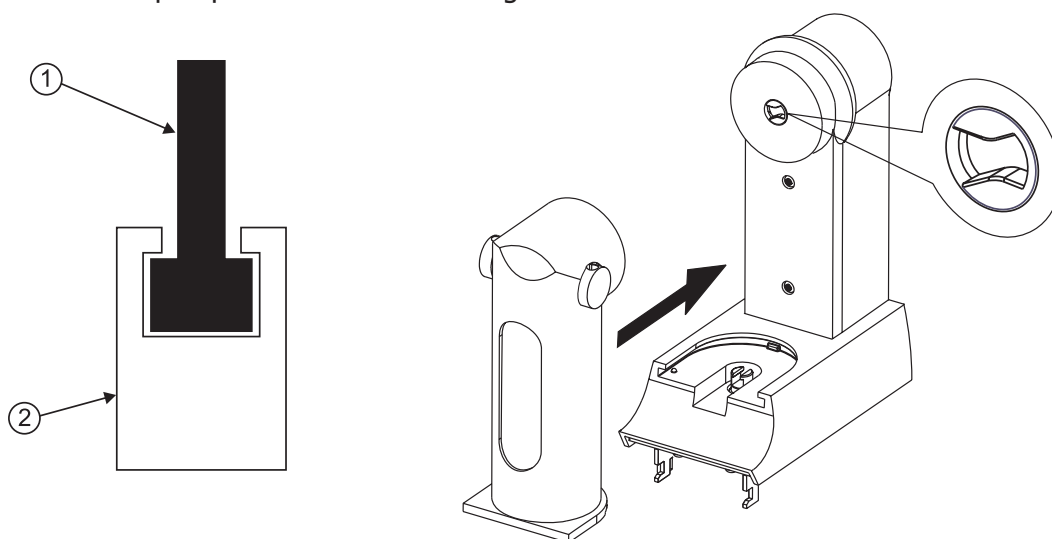
- Recuperare il cavo per la connessione della pompa all'interno dell'alloggiamento. Il connettore per la pompa 1 è nell'alloggiamento di sinistra.
- Collegare il cavo alla pompa come mostrato in figura. Il connettore della pompa è posizionato nella parte inferiore della pompa stessa, vicino al motore.

- Inserire la pompa (2) nell'alloggiamento del titolatore, spingendola verso il basso e quindi facendola scorrere nel telaio del titolatore (1) fino ad essere saldamente bloccata.
- Fissare la pompa stringendo l'apposita vite (3).

Solo per **HI 902**:
Ripetere le stesse operazioni per collegare e montare la seconda pompa.

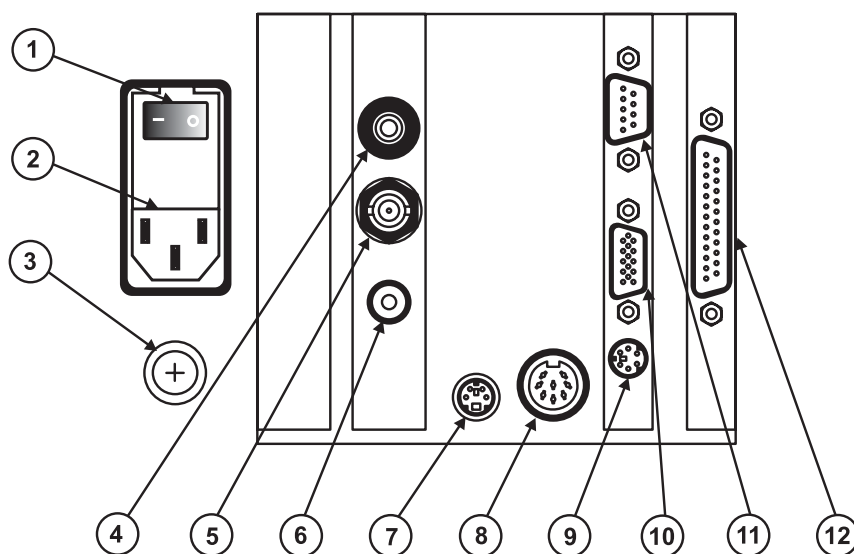
2.3.4.4 Montaggio della copertura per supporto buretta non utilizzato (solo **HI 901)**

Per montare la copertura per un supporto buretta non utilizzato, procedere come segue:

- Inserire il coperchio (4) nell'alloggiamento inutilizzato, sulla destra (vedi figura a pagina precedente), facendolo scorrere nel telaio del titolatore (1) fino ad essere saldamente bloccato.
- Fissare il coperchio stringendo l'apposita vite (5).

2.3.4.5 Montaggio della buretta

Verificare che le tacche sul retro della valvola e sul corpo della buretta siano allineate come mostrato in figura.

Far attenzione alla posizione del pistone della siringa (1) che deve combaciare con l'attacco (2) sul corpo della pompa. Controllare anche l'allineamento tra la valvola sulla buretta ed il suo attacco sulla pompa come mostrato in figura.

2.3.4.6 Collegamenti elettrici

- Collegare l'elettrodo pH al connettore BNC (5).
- Collegare la sonda di temperatura al connettore RCA (6).
- Collegare l'agitatore al connettore MINI-DIN (7).
- Collegare il cavo di alimentazione all'apposita spina sul retro (2).

Nr	Funzione	Tipo di connettore
1	Interruttore principale	
2	Alimentazione (230 Vac, 50 Hz)	Connettore IEC
3	Messa a terra (all'interno)	
4	Elettrodo di riferimento	Spina per banana Ø 4 mm
5	Connessione per elettrodi pH o ORP a semicella o combinati pH/mV	BNC
6	Sonda di temperatura	RCA
7	Agitatore	Mini DIN a 4 pin
8	Connettore per espansioni future	DIN a 8 pin
9	Tastiera PC esterna	Mini DIN a 6 pin (Standard PS2)
10	Display esterno	15 pin standard per monitor VGA
11	Interfaccia RS232 per comunicazione con PC	DB standard a 9 pin
12	Stampante parallela	DB standard a 25 pin

2.3.5 Drive per floppy disk

I rapporti di titolazione, i nuovi metodi definiti dall'utente ed i metodi standard possono essere trasferiti nel e dal titolatore usando un normale floppy disk da 3.5".

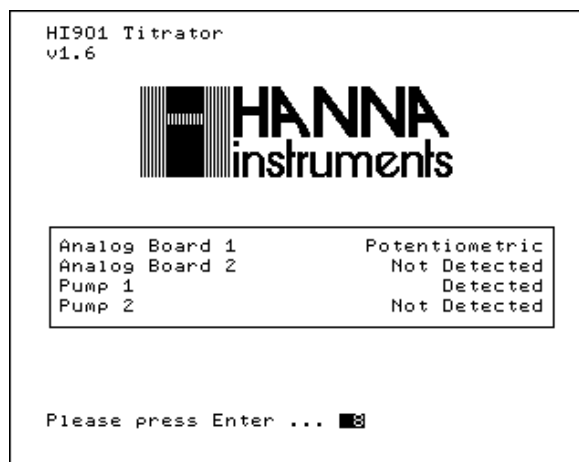
Capitolo 3. Indice

3 INTERFACCIA UTENTE

3.1 Avvio

Una volta che lo strumento è assemblato ed installato, procedere come segue per iniziare ad operare:

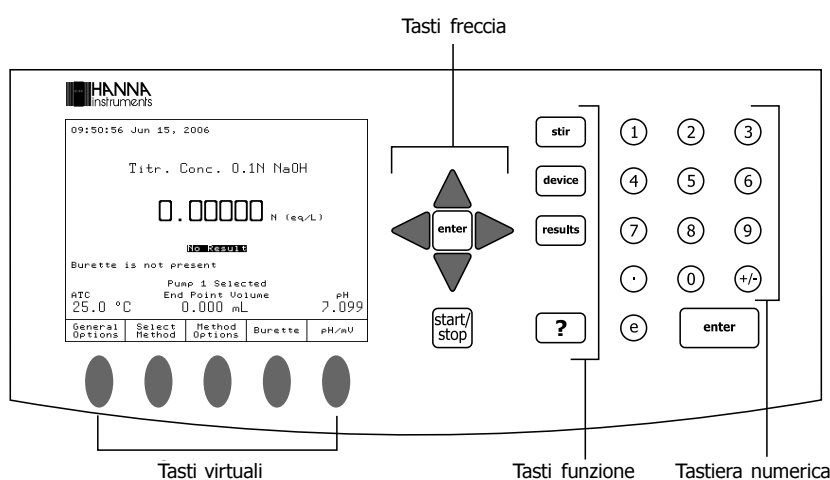
- Collegare lo strumento all'alimentazione esterna attraverso una presa messa a terra. Verificare che il voltaggio di alimentazione sia lo stesso specificato sul titolatore.
- Accendere il titolatore attraverso l'interruttore principale sul retro dello strumento.
- Attendere che venga completato il processo di inizializzazione.
- Premere "Enter" o attendere alcuni secondi per l'avvio del titolatore.

```
HI901 Titrator
v1.6

HANNA
instruments

Analog Board 1        Potentiometric
Analog Board 2          Not Detected
Pump 1                      Detected
Pump 2                  Not Detected

Please press Enter ... 8
```

Nota: *Tutte le fasi di inizializzazione devono essere portate a termine con successo. Se una di queste fallisce, spegnere e riaccendere il titolatore attraverso l'interruttore principale. Se il problema persiste, contattate il vostro rivenditore o il centro di assistenza HANNA.*

3.2 Descrizione

In questa sezione vengono descritte le istruzioni di base per navigare attraverso l'interfaccia utente, selezionando i campi di interesse ed inserendo valori dalla tastiera.

3.2.1 Tastiera

La tastiera del titolatore può essere suddivisa nelle seguenti quattro categorie di tasti:

3.2.1.1 Tasti funzione

Se viene premuto uno di questi tasti, la corrispondente azione viene immediatamente eseguita. I tasti "results" e "start/stop" sono attivi solo in specifiche schermate.

?	Visualizza la guida in linea
stir	Accende e spegne l'agitatore
results	Dà accesso al menu dei risultati
device	Per usi futuri
start/stop	Fa partire o ferma una titolazione o la registrazione dati in modalità pH o mV

3.2.1.2 Tasti virtuali

Questi tasti sono abbinati ai pulsanti virtuali sul display. Il significato di ogni tasto virtuale dipende dal menu attivo sul display.
La funzione collegata ad un pulsante virtuale sottolineato può anche essere attivata premendo "enter".

3.2.1.3 Tasti freccia

Questi tasti servono a:

- Muovere il cursore sullo schermo.
- Aumentare e diminuire la velocità dell'agitatore ed il valore di altre impostazioni.
- Selezionare una lettera nelle schermate alfanumeriche o spostarsi tra le opzioni di un menu.

3.2.1.4 Tastiera numerica

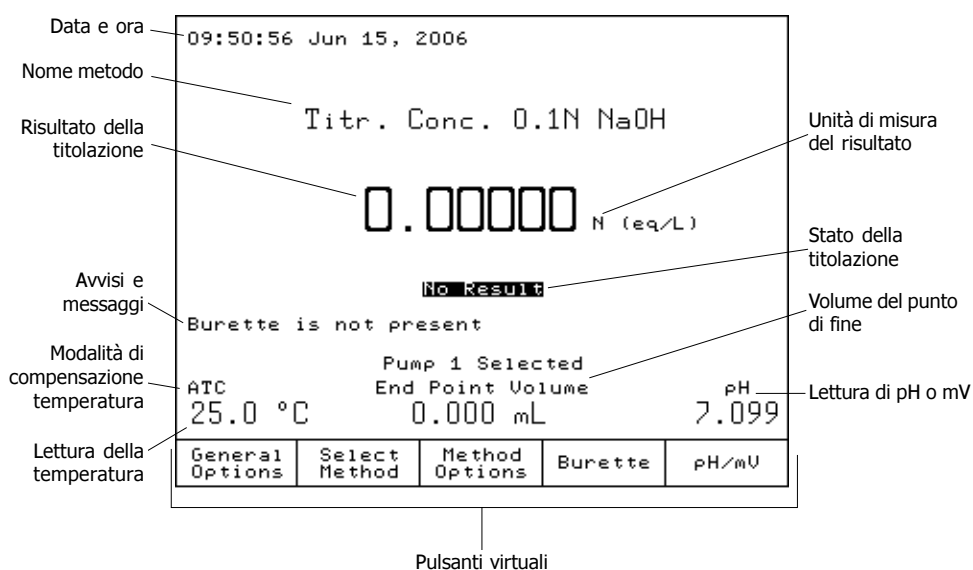
Tasti da	(0) a (9)	Utilizzati per inserimento di numeri.
	(+/-)	Cambia un valore da positivo a negativo e viceversa.
	(·)	Punto decimale.
	(e)	Inserimento di un valore esponenziale in notazione scientifica.

3.2.1.5 Tasti "enter"

Entrambi i tasti "enter" funzionano nello stesso modo:

- Confermano l'inserimento di dati alfanumerici.
- Eseguono la funzione predefinita associata al tasto virtuale sottolineato.

3.2.2 Display

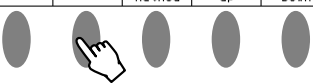
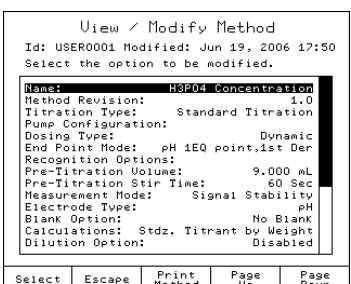
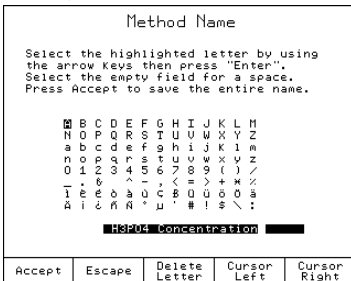
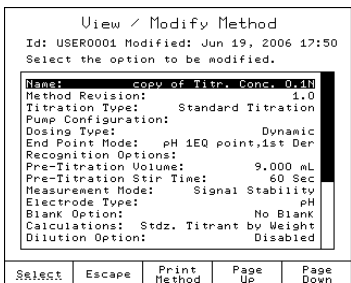
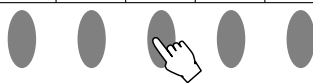
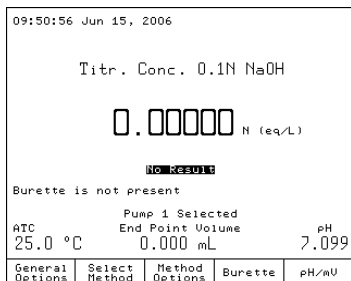
Il titolatore è dotato di un ampio display grafico con retroilluminazione. La schermata principale, con alcuni brevi commenti, è mostrata qui sotto.

L'interfaccia utente è composta di molte schermate. Per ogni funzione del titolatore vengono utilizzate una o più schermate.

Gli avvisi ed altre informazioni critiche vengono visualizzati in negativo.

3.2.3 Schermata principale

Dopo l'avvio e l'inizializzazione, la prima schermata visualizzata è quella principale, i cui campi descrivono:

Nome del metodo:	Visualizza il nome del metodo selezionato.
Ora e data:	Visualizza ora e data correnti.
Temperatura:	Visualizza la temperatura misurata.
ATC:	Indica modalità di compensazione automatica della temperatura
Manual:	Indica modalità di compensazione manuale della temperatura. Se visualizzato in negativo, indica compensazione manuale perché la sonda di temperatura non è collegata.
Info agitatore:	Velocità reale/impostata dell'agitatore visualizzata in RPM (giri al minuto). Quando l'agitatore è spento, questa informazione non è visualizzata.
Vol. punto di fine:	Indica il volume di titolante dosato per raggiungere il punto di fine della titolazione. Se non è stata eseguita alcuna titolazione, viene visualizzato "0.000 mL".
Risultato titolazione:	Mostra il risultato della titolazione.
Lettura mV o pH:	Mostra il valore corrente di pH o mV del campione.
mV:	Indica la lettura di potenziale reale.
rel mV:	Indica la lettura di potenziale relativo.
pH:	Indica il valore reale di pH.
Stato titolazione:	Mostra lo stato della titolazione selezionata. Quando non è stata eseguita alcuna titolazione, viene visualizzato il messaggio "Nessun risultato".
Avvisi e messaggi:	Viene indicato quando è necessario eseguire un'operazione e vengono visualizzati messaggi di errore o di avviso.
Pompa 1:	Indica la pompa selezionata per il metodo corrente.

3.3 Navigare nei menu

3.3.1 Selezionare un’opzione

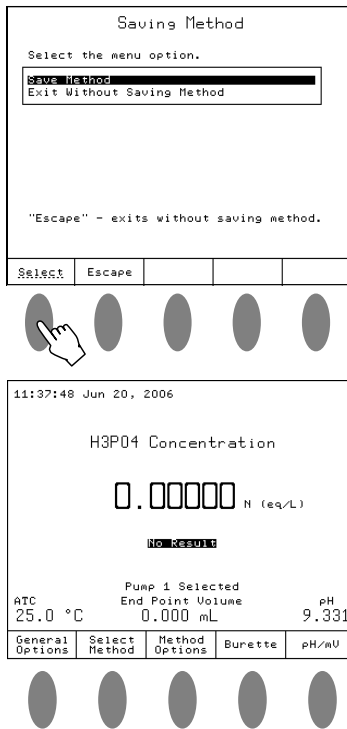
Per selezionare un’opzione, premere il tasto corrispondente al pulsante virtuale sul display. Per esempio, per accedere al menu delle opzioni dei metodi, premere <Opzioni Metodo>.

3.3.2 Selezionare un parametro

Per selezionare un parametro in una schermata, usare i tasti freccia su e giù per muovere il cursore.
Quando il menu è più lungo del display, compare una barra di scorrimento sul lato destro. I pulsanti <Pagina Su> e <Pagina Giù> possono essere usati per scorrere le pagine del menu.
Per attivare il parametro selezionato, premere “enter” o <Seleziona>.

3.3.3 Inserire testo

Prima di iniziare ad inserire un testo (per esempio il nome di un metodo) in una schermata alfanumerica, cancellare il testo precedente usando il pulsante <Cancella Lettere>.
Per inserire un carattere, evidenziarlo usando i tasti freccia e confermarlo premendo “enter”. Usare la medesima procedura per ogni lettera del testo.
Per spostarsi, usare i tasti <Cursore Sinistro> e <Cursore Destro>.
Quando l’inserimento è completo, premere <Accetta>.

Il nome del metodo verrà aggiornato e visualizzato nella schermata “Vedi/modifica metodo”.
Dopo aver impostato tutti i parametri desiderati, premere <Esci>.

3.3.4 Salvare le modifiche

La schermata “Salva metodo” permette all’utente di salvare le modifiche, evidenziando l’opzione “Salva metodo” e quindi premendo <Seleziona>. Per uscire da questa schermata senza salvare, premere <Esci> o evidenziare l’opzione “Uscire senza salvare metodo” e premere <Seleziona>.

Nota: *per accedere alla guida in linea, premere il tasto "?” in qualsiasi momento. Le informazioni che verranno visualizzate saranno relative alla schermata corrente. Per uscire e tornare alla schermata precedente, premere <Esci> o di nuovo "?”.*

Capitolo 4. Indice

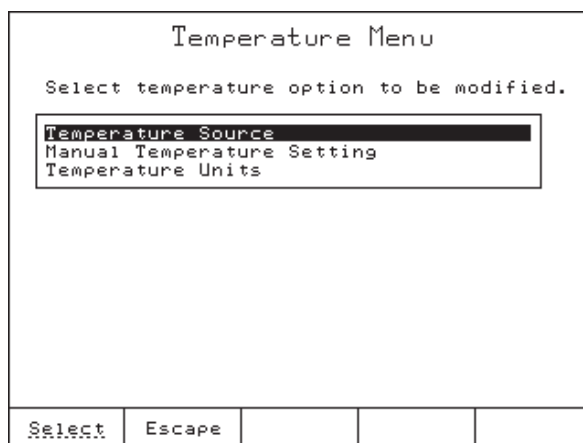
4 OPZIONI GENERALI

La schermata "Opzioni generali" dà accesso alle opzioni che non sono direttamente legate al processo di titolazione o alla misura di pH o mV. Per entrare in questa schermata, premere il tasto <Opzioni Generali> dalla schermata principale.
I menu disponibili sono mostrati qui sotto e descritti in questo capitolo.

```
General Options

Select the option to be modified.

Temperature:                    °C, ATC
Date and Time Setting
Display Settings
Beeper:                             Off
Stirrer:                        Enabled
Language:                       English
Daily Stdz. Reminder:               Off
Periodic Stdz. Reminder:            Off
Total Volume Alert:                 Off
Titrant Age Reminder:               Off
Save Files to Diskette
Restore Files from Diskette
Serial Link with PC
Reset to Default Settings

Select | Escape
```

4.1 Temperatura

La schermata "Menu temperatura" permette di selezionare la sorgente del valore di temperatura ed altre opzioni legate alla temperatura.

```
Temperature Menu

Select temperature option to be modified.

Temperature Source
Manual Temperature Setting
Temperature Units

Select | Escape
```

4.1.1 Sorgente di temperatura

La schermata "Sorgente di temperatura" permette all'operatore di scegliere la sorgente del valore di temperatura usato per la compensazione delle letture di pH.

Temperature Source

Select the temperature source.

Automatic Temperature
Manual Temperature

Select	Escape			

Quando viene selezionata l'opzione "Compensazione Automatica", la temperatura visualizzata nella schermata principale è quella misurata dalla sonda di temperatura. Anche l'icona "ATC" sarà visibile.
Quando viene selezionata l'opzione "Temperatura manuale", per la compensazione viene utilizzato un valore di temperatura pre-impostato e viene visualizzata l'icona "Manual".

4.1.2 Impostazione manuale della temperatura

Se la sonda di temperatura non è collegata, l'operatore può impostare manualmente la temperatura che il titolatore utilizzerà per la compensazione. Questo è possibile solo se viene selezionata l'opzione "Temperatura manuale".
Si possono impostare valori di temperatura da –5 a 105 °C.

Manual Temperature

Enter the manual temperature to be used when the temperature probe is being overridden or no temperature probe.

25.0 °C

The temperature range is from -5.0 to 105.0°C.

Accept	Escape	Delete Digit		

4.1.3 Unità di misura della temperatura

Si possono selezionare le seguenti unità di misura: °C, °F, K.

```
Temperature Units

Select the temperature units to be
displayed.

Celsius      -5.0 to 105.0°C
Fahrenheit   23.0 to 221.0°F
Kelvin      268.2 to 378.2 K

Select | Escape | | |
```

Le rispettive scale di sono mostrate nella schermata "Unità di temperatura". Il titolatore convertirà automaticamente la temperatura misurata nella nuova unità di misura.

4.2 Impostazione di data e ora

Questa schermata permette all'operatore di impostare la data e l'ora.

```
Date and Time Setting

Enter the date.

        2         6        2006
     day       month      year

Enter the time.

        4        13          14
     hour      minute     second

Press Next to move to the next entry.

Accept | Escape | Delete Digit | Next |
```

Premendo il tasto <Prossimo> il cursore passerà al campo successivo.

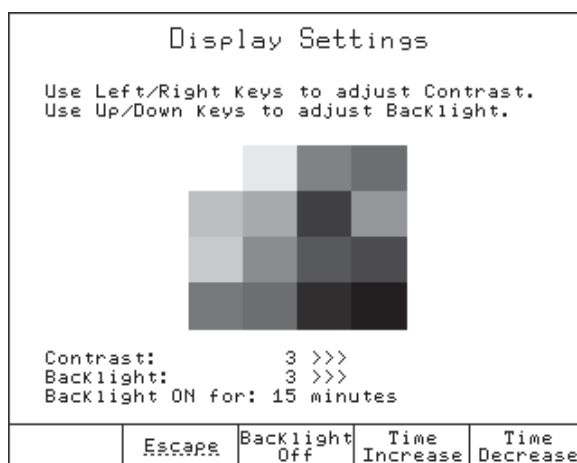
4.3 Impostazione del display

Questa schermata permette di personalizzare i parametri di visualizzazione del display come luminosità e contrasto.

Display Settings

Use Left/Right Keys to adjust Contrast.
Use Up/Down Keys to adjust Backlight.

Contrast: 3 >>>
Backlight: 3 >>>
Backlight ON for: 15 minutes

	Escape	Backlight Off	Time Increase	Time Decrease

Tasti virtuali:

<Retroill. off>	Spegne la retroilluminazione
<Retroill. on>	Accende la retroilluminazione
<Aumenta tempo>	Aumenta il tempo di accensione della retroilluminazione
<Diminuisci tempo>	Diminuisce il tempo di accensione della retroilluminazione

Il contrasto può essere regolato usando i tasti freccia destra e sinistra.
L'intensità della retroilluminazione può essere regolata con i tasti freccia su e giù.

Sono disponibili 8 livelli di regolazione (da 0 a 7) sia per il contrasto che per l'intensità della retroilluminazione.

Una griglia in scala di grigi che va dal bianco al nero viene visualizzata sul display, in modo da consentire una facile regolazione dei parametri del display.

L'opzione di spegnimento della retroilluminazione dopo un certo periodo impostabile dall'operatore, protegge il display durante i tempi di stand-by. La retroilluminazione viene riattivata premendo un tasto qualsiasi.

Il periodo di inattività dopo il quale la retroilluminazione si spegne può essere impostato da 1 a 60 minuti. Per disabilitare la funzione, impostare questo valore a 0 minuti.

4.4 Segnale acustico

Questa schermata permette di abilitare (*On*) o disabilitare (*Off*) il segnale acustico.
Il segnale acustico viene emesso al completamento di una titolazione, quando viene premuto un tasto sbagliato e quando si verifica un errore critico durante una titolazione.

Beeper

Select the option.

Beeper Off
Beeper On

Select	Escape			

4.5 Agitatore

Questa schermata permette di abilitare o disabilitare l'agitatore.

Stirrer

Select the option.

Disabled
Enabled

Select	Escape			

4.6 Lingua

Scegliere la lingua desiderata tra quelle disponibili elencate in questa schermata.

Set Language

Select the language.

English
Italiano
Portuguese
Espanol

Select	Escape			

4.7 Avviso di standardizzazione giornaliero

Questa schermata permette di programmare un avviso giornaliero che ricorda di standardizzare l'elettrodo pH. Il messaggio "Standardizza Elettrodo" apparirà sul display ogni giorno all'ora programmata. Una volta eseguita la standardizzazione, il messaggio scomparirà fino al giorno seguente.

Daily Standardization Reminder

Enter the time of day when the electrode standardization reminder will appear.

12	0	0
hours	minutes	seconds

Press Next to move to the next entry.

Accept	Escape	Delete Digit	Next	Off

L'avviso può essere disabilitato premendo <Off>.

4.8 Avviso di standardizzazione periodico

Questa schermata permette di programmare un avviso periodico che ricorda di standardizzare l'elettrodo pH. Il messaggio "Standardizza Elettrodo" apparirà sul display quando è trascorso il periodo programmato.
Una volta eseguita la standardizzazione, il messaggio scomparirà dal display e il tempo verrà azzerato.

Periodic Standardization Reminder

Enter the time period that must be passed since the last standardization,whereafter the standardization reminder appears.

10 days 12 hours 0 minutes

Press Next to move to the next entry.

Accept	Escape	Delete Digit	Next	Off

L'avviso può essere disabilitato premendo <Off>.

4.9 Avviso volume totale

La schermata di "Avviso volume totale" permette di programmare un avviso che comparirà sul display quando è necessario aggiungere titolante alla bottiglia di titolante. Il volume corrente di titolante diminuirà man mano che il titolante viene dosato.

Total Volume Alert

Enter the amount of titrant available to the titration system from its reservoir. The mLs will decrease as the titrant is depleted.

1000.0 mL

A reminder will appear when less than 100 mLs of titrant volume is left.

Accept	Escape	Delete Digit		Off

Il messaggio "Basso volume titolante" comparirà quando il volume di titolante nella bottiglia è inferiore a 100 ml.

Dopo aver impostato il nuovo volume di titolante nella schermata “Avviso volume totale”, comparirà un messaggio che ricorda all’operatore che è necessario eseguire una standardizzazione del titolante. L’avviso può essere disabilitato premendo <Off>.
L’intervallo possibile di titolante va da 0 a 10000 ml.

4.10 Avviso invecchiamento titolante

Questa schermata permette di programmare un avviso che comparirà sul display quando è necessario controllare la concentrazione del titolante o cambiarlo.

Titrant Age Reminder

Enter the number of days to pass since the last Titr. Vol. updating or the last Start pressing, whereafter the reminder appears.

30 days

The range is from 0 to 31 days.

Start	Escape	Delete Digit		Off

L’avviso “Controlla concentraz. titolante” apparirà quando sarà passato un certo numero di giorni dall’impostazione dell’avviso del volume totale o dall’azzeramento del timer premendo <Start>. L’avviso può essere disabilitato premendo <Off>.
Il periodo impostabile va da 0 a 31 giorni.

4.11 Salvare file su dischetto

Questo menu permette all’operatore di trasferire file dal titolatore ad un floppy disk.
I tipi di file disponibili nel titolatore sono:

Metodi standard: **HI*.MTD**
Metodi utente: **USER*.MTD**
Rapporti: ***.RPT**
Grafici (immagini): ***.BMP**

Se non c’è alcun dischetto inserito nel drive, il menu di gestione dei file non sarà disponibile. La scelta del tipo di file può essere fatta usando i tasti freccia destra e sinistra. Il numero di file ed il nome di ogni file nel titolatore verranno visualizzati.

Per esempio, se non vengono trovati file di rapporti, viene visualizzato il messaggio “0 file rapporto”. Analoghi messaggi vengono visualizzati per gli altri tipi di file.

```
List of Files on Titrator
Use <-/-> arrow keys to select file type
13 standard method files

HI0001EN.MTD
HI0002EN.MTD
HI0003EN.MTD
HI0004EN.MTD
HI0005EN.MTD
HI0007EN.MTD
HI0008EN.MTD
HI0009EN.MTD
HI0010EN.MTD
HI0011EN.MTD
HI0012EN.MTD
HI0013EN.MTD
HI0014EN.MTD

Escape | Copy file | Copy All | Delete File | Delete All
```

I pulsanti virtuali consentono le seguenti operazioni:

<Cancella file>	Cancella il file evidenziato
<Cancella tutto>	Cancella tutti i file visualizzati
<Copia file>	Copia il file evidenziato dal titolatore al floppy disk
<Copia tutto>	Copia tutti i file visualizzati dal titolatore al floppy disk
<Esci>	Torna alla schermata “Opzioni Generali”

Lo stato del trasferimento (“completato” / “non completato”) ed il nome del file in oggetto vengono visualizzati durante la copia o la cancellazione.
Quando la copia o la cancellazione di un file è terminata, il messaggio “Premi un tasto…” compare sul display e lo strumento torna alla schermata con l’elenco dei file.

4.12 Copiare file da dischetto

Questa schermata permette di trasferire file da un floppy disk al titolatore.

```
List of Files on Diskette
Use <-/-> arrow keys to select file type
20 report files

TI_00007.RPT
TI_00008.RPT
TI_00009.RPT
TI_00010.RPT
TI_00011.RPT
TI_00012.RPT
TI_00013.RPT
TI_00014.RPT
TI_00015.RPT
TI_00016.RPT
TI_00017.RPT
TI_00018.RPT
TI_00019.RPT
TI_00020.RPT

Escape | Copy file | Copy All | Delete File | Delete All
```

```
List of Files on Diskette
Use <-/-> arrow keys to select file type
20 report files

Copy successful          TI_00020.RPT
Copy successful          TI_00020.LOG

Press any key...

Escape | Copy file | Copy All | Delete File | Delete All
```

I tipi di file che possono essere trasferiti sono:

Metodi standard:	**HI*.MTD**
Metodi utente:	**USER*.MTD**
Rapporti:	***.RPT**

La scelta del tipo di file può essere fatta usando i tasti freccia destra e sinistra.
Il numero di file ed il nome di ogni file nel dischetto verranno visualizzati sul display.
I pulsanti virtuali consentono le seguenti operazioni:

<Cancella file>	Cancella il file evidenziato dal dischetto
<Cancella tutto>	Cancella tutti i file visualizzati dal dischetto
<Copia file>	Copia il file evidenziato dal dischetto al titolatore
<Copia tutto>	Copia tutti i file visualizzati dal dischetto al titolatore
<Esci>	Torna alla schermata “Opzioni Generali”

Tutte le operazioni disponibili sono le stesse spiegate nel paragrafo 4.11 “Salva file su dischetto”.

4.13 Comunicazione seriale con PC

Per poter utilizzare questa funzione è necessario collegare il titolatore al PC usando il cavo seriale in dotazione. Nel PC deve essere installato il software applicativo HI 900900.
Nella schermata “Comunicazione seriale” il messaggio “Attivo / Non attivo” mostra lo stato della comunicazione con il PC.
“Attivo” significa che il titolatore sta usando la comunicazione seriale con un PC e non con un altro dispositivo.
“Pronto” indica che il titolatore è in grado di comunicare con il PC.
Durante il trasferimento di informazioni tra PC e titolatore, viene visualizzato il messaggio “Transmit” e informazioni relative alla percentuale già trasferita del file corrente.

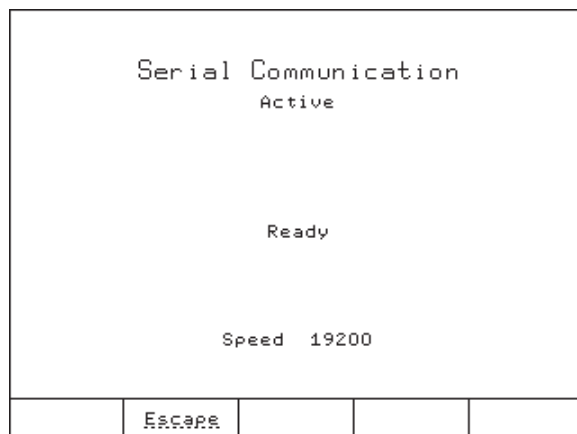
4.14 Ripristino delle impostazioni di fabbrica

Questa opzione permette di ripristinare le impostazioni originali dell’apparecchiatura.

Serial Communication
Active

Ready

Speed 19200

Escape

Nota: *Attenzione !!! Questa operazione cancellerà anche tutti i metodi inseriti dall'utente e ripristinerà tutte le impostazioni di fabbrica come la configurazione dello strumento, i parametri dei metodi standard, ecc.*

```
Confirmation of Reset

Are you sure you want to reset the
titrator to manufacturer settings?

This will delete the standardization
data, all the user methods and reports.

Reset | Escape | | |
```

4.15 Aggiornamento del software

Questa schermata permette all'operatore di aggiornare il software del titolatore da un floppy disk.

```
Update Software

Current version:      HI902 v1.34
New version:          HI902 v1.6

Are you sure you want to update the
current software with the new version?

Accept | Escape | Refresh | |
```

Nota: *si consiglia di far eseguire questa operazione solo da personale tecnico qualificato o di rivolgersi al centro di assistenza HANNA.*

Capitolo 5. Indice

5 METODI

Il titolatore esegue automaticamente un’analisi completa, che comprende la preparazione del campione, il dosaggio della soluzione titolante, l’agitazione, i tempi di misura e di attesa, la rilevazione del punto di fine e la registrazione dei risultati della titolazione.
Tutti i parametri necessari alla titolazione sono raggruppati in un metodo.
Il titolatore viene fornito completo di un pacchetto di metodi standard.
Usando un floppy disk o collegando il titolatore ad un PC in cui è installato il software applicativo **HI 900900**, i metodi (standard e definiti dall’utente) possono essere aggiornati, memorizzati o cancellati.

5.1 Selezione di un metodo

Per scegliere un metodo, premere il tasto <Selez. metodo> dalla schermata principale e verrà visualizzata sul display una lista dei metodi disponibili.

```
Titration Methods

Select the method to be activated.

Titr. Conc. 0.1N NaOH
Titr. Conc. 0.1N HCl
Titr. Conc. 0.1M Na2S2O3
Alkalinity of Water
Acidity of Water
Chloride
Neutralization w/ H2SO4
Neutralization w/ NaOH
Titr. Conc. 0.1M FAS
Troubleshooting 1
Troubleshooting 2
Electrode Calibration
Content of H3PO4
H3PO4 Concentration

Select | New Method | Reset to Default | Page Up | Page Down
```

Nella schermata “Metodi di titolazione” vengono elencati sia i metodi standard che quelli definiti dall’utente (se presenti).

Per scegliere un metodo, evidenziarlo e premere <Seleziona>. Il nome del metodo selezionato verrà visualizzato nella schermata principale.

09:50:56 Jun 15, 2006

Titr. Conc. 0.1N NaOH

0.00000 N (eq/L)

No Result

Burette is not present

Pump 1 Selected

ATC	End Point Volume	pH
25.0 °C	0.000 mL	7.099

General Options	Select Method	Method Options	Burette	pH/mV

5.2 Metodi standard

I metodi standard sono sviluppati dal produttore per consentire di eseguire le analisi più comuni. Ogni metodo standard può essere utilizzato come modello per un nuovo metodo utente. Solo alcuni specifici parametri di un metodo standard possono essere modificati dall'operatore (vedi sezione 5.5 "Opzioni dei metodi").

5.2.1 Aggiornamento dei metodi standard

L'aggiornamento dei metodi standard può essere fatto da floppy disk o da PC come spiegato qui di seguito.

Floppy disk:

- Inserire il dischetto di installazione dei metodi nel drive per floppy disk del titolatore.
- Premere il pulsante <Opzioni generali> dalla schermata principale.
- Usando i tasti freccia su e giù evidenziare l'opzione "Copia file da dischetto" e premere <Seleziona>.
- Usando i tasti freccia destra e sinistra è possibile spostarsi nel menu dei tipi di file fino a trovare quelli dei metodi standard. Verrà visualizzata la lista dei metodi standard disponibili nel dischetto.
- Premere <Copia file> o <Copia tutto> per aggiornare il titolatore.
- Premere <Esci> per tornare alla schermata delle "opzioni generali".

PC:
Si possono anche aggiornare i metodi standard del titolatore da un PC, usando il software applicativo **HI 900900** (vedi anche sezione 4.13 "Comunicazione seriale con PC").

5.2.2 Cancellazione dei metodi standard

Per cancellare dal titolatore i metodi standard non utilizzati, procedere in questo modo:

- Inserire un qualsiasi dischetto nel drive del titolatore.
- Dalla schermata principale premere <Opzioni generali>.

- Usando i tasti freccia su e giù, evidenziare l'opzione "Salva file su dischetto" e premere <Seleziona>.
- Usando i tasti freccia destra e sinistra è possibile spostarsi nel menu dei tipi di file fino a trovare quelli dei metodi standard. I metodi standard disponibili verranno visualizzati sul display.
- Premere <Cancella> o <Cancella tutto> per eliminare i metodi standard non necessari.
- Premere <Esci> per tornare alla schermata delle "Opzioni generali".

Si possono anche cancellare i metodi standard del titolatore da un PC, usando il software applicativo **HI 900900** (vedi anche sezione 4.13 "Comunicazione seriale con PC").

5.2.3 Ripristino delle impostazioni di fabbrica

Si possono ripristinare le impostazioni di fabbrica per i metodi standard evidenziando un metodo e premendo <Ripristina predefinito>.

Attenzione! *Quando viene premuto il pulsante <Ripristina predefinito>, tutti i metodi utente verranno cancellati.*

```
Titration Methods

Select the method to be activated.

Titr. Conc. 0.1N NaOH
Titr. Conc. 0.1N HCl
Titr. Conc. 0.1M Na2S2O3
Alkalinity of Water
Acidity of Water
Chloride
Neutralization w/ H2SO4
Neutralization w/ NaOH
Titr. Conc. 0.1M FAS
Troubleshooting 1
Troubleshooting 2
Electrode Calibration
Content of H3PO4
H3PO4 Concentration

Select | New Method | Reset to Default | Page Up | Page Down
```

```
Confirmation of Reset Methods

Are you sure you want to reset
methods to default?

Reset | Escape
```

5.3 Metodi utente

I metodi utente sono definiti dall'operatore, generalmente modificando un metodo standard. I metodi utente possono essere sviluppati in accordo con le richieste del cliente. Tutti i parametri del metodo possono essere modificati dall'utente.

5.3.1 Creazione dei metodi utente

Per creare un nuovo metodo partendo da uno standard, procedere come segue:

- Premere il pulsante <Seleziona metodo> dalla schermata principale.
- Usando i tasti freccia su giù, evidenziare un metodo esistente dalla lista dei metodi.

- Premere il tasto <Nuovo metodo> e un nuovo metodo utente verrà generato.
- Premere <Seleziona> per attivare il nuovo metodo utente creato.

Titration Methods

Select the method to be activated.

Titr. Conc. 0.1N NaOH
Titr. Conc. 0.1N HCl
Titr. Conc. 0.1M Na2S2O3
Alkalinity of Water
Acidity of Water
Chloride
Neutralization w/ H2SO4
Neutralization w/ NaOH
Titr. Conc. 0.1M FAS
Troubleshooting 1
Troubleshooting 2
Electrode Calibration
Content of H3PO4
copy of Titr. Conc. 0.1N

Select	New Method	Delete	Page Up	Page Down

12:23:47 Jun 20, 2006

copy of Titr. Conc. 0.1N

0.00000 N (eq/L)

No Result

Pump 1 Selected

ATC 25.0 °C — End Point Volume 0.000 mL — pH 9.804

General Options	Select Method	Method Options	Burette	pH/mV

Nota: *il titolatore può memorizzare fino a 10000 metodi, standard e definiti dall'utente. Se questo limite viene superato, apparirà un avviso sul display.*

5.3.2 Cancellazione dei metodi utente

Per eliminare un metodo utente, premere il pulsante <Seleziona metodo> dalla schermata principale. Evidenziare il metodo che si vuole cancellare e premere <Cancella>. Comparirà una schermata che chiede di confermare la cancellazione. Premere di nuovo <Cancella> per confermare o <Esci> per cancellare l'operazione.

Confirmation of Method Deletion

Are you sure you want to delete the selected method?

copy of Titr. Conc. 0.1N

Delete	Escape			

5.4 Vedi / modifica metodo

Per modificare i parametri di un metodo, premere <Opzioni metodo> dalla schermata principale e verrà visualizzata una lista di tutti i parametri relativi al metodo selezionato. Usando i tasti freccia su e giù, evidenziare la voce che si desidera modificare e premere <Seleziona>.

View / Modify Method
Id: HI0001EN Created: Jun 14, 2006 11:30
Select the option to be modified.

Name: Titr. Conc. 0.1N NaOH
Method Revision: 2.0
Titration Type: Standard Titration
Pump Configuration:
Dosing Type: Dynamic
End Point Mode: pH 1EQ point,1st Der
Recognition Options:
Pre-Titration Volume: 9.000 mL
Pre-Titration Stir Time: 60 Sec
Measurement Mode: Signal Stability
Electrode Type: pH
Blank Option: No Blank
Calculations: Stdz. Titrant by Weight
Dilution Option: Disabled

Escape | Print Method | Page Up | Page Down

Salva metodo

Dalla schermata “Vedi / modifica metodo” premere <Esci> e comparirà una schermata in cui si può scegliere di salvare le modifiche dei parametri del metodo o di ignorarle.

Saving Method

Select a menu option.

Save Method
Exit Without Saving Method

"Escape" - exits without saving method.

Select | Escape

5.5 Opzioni dei metodi

5.5.1 Assegnare un nome ad un metodo utente

Questa opzione permette di inserire il nome di un nuovo metodo (max 24 caratteri). Usare i tasti freccia per spostarsi nella finestra alfanumerica e premere “enter” per confermare il carattere evidenziato.

```
Method Name

Select the highlighted letter by using
the arrow keys then press "Enter".
Select the empty field for a space.
Press Accept to save the entire name.

A B C D E F G H I J K L M
N O P Q R S T U V W X Y Z
a b c d e f g h i j k l m
n o p q r s t u v w x y z
0 1 2 3 4 5 6 7 8 9 ( ) /
_ . &   ^ - , < = > + * %
ì è é ò à ù ç ß Ü ü ö Ö ä
Ä ¡ ¿ Ñ Ñ ° µ ' # ! $ \ :

H3PO4 Concentration

Accept | Escape | Delete Letter | Cursor Left | Cursor Right
```

5.5.2 Revisione del metodo

Questa opzione permette di inserire una stringa con il numero di revisione del metodo. Il formato di questa stringa dovrebbe essere del tipo “X.Y”, dove X e Y sono numeri.

```
Method Revision

Select the highlighted letter by using
the arrow keys then press "Enter".
Select the empty field for a space.
The revision string format is "X.X".

A B C D E F G H I J K L M
N O P Q R S T U V W X Y Z
a b c d e f g h i j k l m
n o p q r s t u v w x y z
0 1 2 3 4 5 6 7 8 9 ( ) /
_ . &   ^ - , < = > + * %
ì è é ò à ù ç ß Ü ü ö Ö ä
Ä ¡ ¿ Ñ Ñ ° µ ' # ! $ \ :

2.0

Accept | Escape | Delete Letter | Cursor Left | Cursor Right
```

5.5.3 Tipo di titolazione (solo per HI 902)

Per eseguire un'analisi è necessario scegliere il tipo di titolazione.

```
Titration Type

Select the titration type.

Standard Titration
Back Titration

Select | Escape
```

Titolazione standard

- Titolazione con rilevazione del punto equivalente in pH o mV.
- Titolazione con punto di fine fisso in pH o mV.

Titolazione di ritorno

Titolazione con rilevazione del punto equivalente in pH o mV, che comprende due fasi:

- Fase 1 – il campione viene "consumato" aggiungendo un volume noto di titolante 1 a concentrazione nota. È necessario dosare una quantità di titolante 1 sufficiente a superare il punto di equivalenza, in modo da accelerare la reazione.
- Fase 2 – l'eccesso di titolante 1 viene titolato con il titolante 2 fino al punto equivalente. Quindi la concentrazione del campione viene determinata per differenza.

Inoltre, se si sceglie la titolazione di ritorno, è necessario impostare anche l'opzione "Pausa cambio titolante". Scegliere "Sì" per bloccare la titolazione temporaneamente tra la prima e la seconda fase di una titolazione di ritorno, in modo da poter eseguire alcune operazioni necessarie all'analisi, come per esempio bollire il campione per eliminare l'anidride carbonica.

```
Break at Titrant Changing

Select the option.

NO
YES

"NO" - without break at titrant changing.
"YES" - with break at titrant changing.

Select | Escape
```

5.5.4 Configurazione della pompa

Questa opzione permette di scegliere quale pompa verrà usata per la titolazione con il metodo corrente. Inoltre per le titolazioni di ritorno si può scegliere la pompa per il dosaggio di entrambi i titolanti, 1 e 2.

Titrant Pump Selection

Select the pump for titrant.

Pump 1
Pump 2

Select | Escape

5.5.5 Tipo di dosaggio

I titolatori automatici HANNA permettono di scegliere tra due tipi di dosaggio: lineare o dinamico.

Dosing Type

Select the dosing type.

Linear Dosing
Dynamic Dosing

Select | Escape

5.5.5.1 Dosaggio lineare

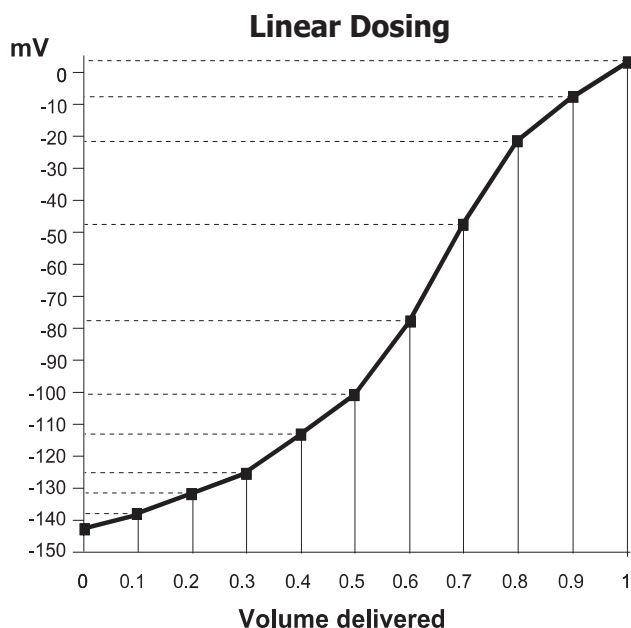
Con questo tipo di dosaggio viene dosato un uguale volume di titolante ad ogni dispensazione, come mostrato nel grafico alla pagina seguente.

Linear Dosing

mV

0
-10
-20
-30
-40
-50
-60
-70
-80
-90
-100
-110
-120
-130
-140
-150

0 0.1 0.2 0.3 0.4 0.5 0.6 0.7 0.8 0.9 1

Volume delivered

Il dosaggio lineare è consigliato per titolazioni lente e difficoltose in soluzioni non acquose oppure per alcune analisi specifiche.

Nota: *per le normali curve di titolazione con flesso si consigliano incrementi minori intorno al punto equivalente.*
Per curve di titolazioni piatte, sono richiesti volumi maggiori per la rilevazione del punto equivalente.

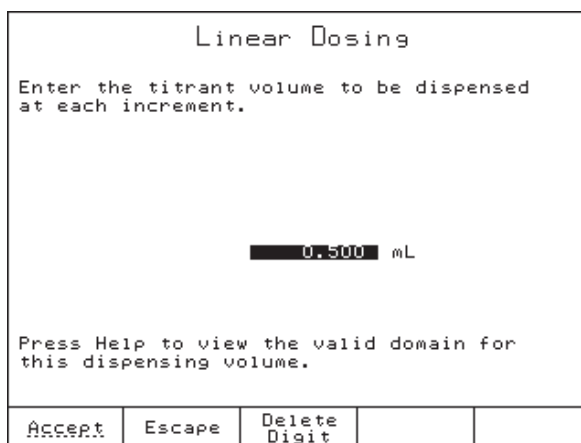
Per impostare il volume da dosare, scegliere l'opzione "Dosaggio lineare" e inserire la dose desiderata.

Linear Dosing

Enter the titrant volume to be dispensed
at each increment.

0.500 mL

Press Help to view the valid domain for
this dispensing volume.

Accept	Escape	Delete Digit		

Gli intervalli permessi per il volume da dosare sono:

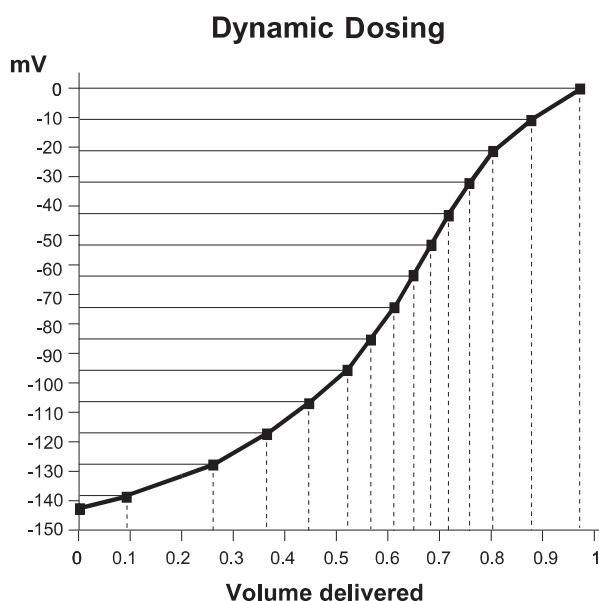
da 0.001 a 4.500 ml per burette da 5 ml
da 0.001 a 9.000 ml per burette da 10 ml
da 0.005 a 22.500 ml per burette da 25 ml

5.5.5.2 Dosaggio dinamico

Il titolante viene aggiunto in volumi che dipendono dalla vicinanza al punto di fine, come mostrato nel grafico qui sotto.
Il titolatore determina la dose di titolante per cercare di mantenere una certa differenza di potenziale *(delta E)* con ogni aggiunta.

Dynamic Dosing

mV

Volume delivered

Se il salto di potenziale dopo l'aggiunta del titolante è minore del valore impostato, la dose successiva verrà progressivamente aumentata fino al volume massimo dosabile. Se il salto di potenziale rimane inferiore, la titolazione continuerà dosando il volume massimo.
Se il salto di potenziale dopo l'aggiunta del titolante è maggiore del valore impostato, la dose successiva verrà progressivamente diminuita fino al volume minimo dosabile. Se il salto di potenziale rimane maggiore, la titolazione continuerà dosando il volume minimo.

Ne risulta che lontano dal punto di fine vengono dispensate dosi maggiori, riducendo così il tempo necessario per la titolazione. Più ci si avvicina al punto di fine, minori saranno i volumi dosati, fornendo in questo modo una maggiore precisione nella zona critica del punto di fine.

È necessario impostare i seguenti parametri:

min Vol: Determina il volume minimo di una dose durante la titolazione.
Questo valore deve essere maggiore o uguale a:
0.001 ml per burette da 5 e 10 ml
0.005 ml per burette da 25 ml

max Vol: Determina il volume massimo di una dose durante la titolazione.
Questo valore deve essere minore o uguale a 4.000 ml.

delta E: Determina il salto di potenziale (fisso) che deve essere raggiunto dopo ogni aggiunta di titolante.
L'intervallo permesso va da 0.1 a 99.9 mV.

```
                Dynamic Dosing
Enter min Vol, max Vol and delta E.

          0.015  mL  - min Vol
          0.500  mL  - max Vol
          4.500  mV  - delta E

  Press Next to move to the next entry.
Accept | Escape | Delete Digit | Next |
```

Consigli per la scelta dei parametri di dosaggio

Per titolazioni con curve pendenti le impostazioni consigliate sono:

delta E = da 3.5 a 9 mV
min Vol = da 0.010 a 0.025 ml (usando una buretta da 25 ml)
max Vol = da 0.075 a 0.250 ml (usando una buretta da 25 ml)

Per titolazioni con curve piatte le impostazioni consigliate sono:

delta E = da 10 a 15 mV
min Vol = da 0.050 a 0.150 ml (usando una buretta da 25 ml)
max Vol = da 0.400 a 0.600 ml (usando una buretta da 25 ml)

Per ottenere la massima precisione e riproducibilità, si consiglia di consumare tra il 20 e l'80% del volume nominale della buretta. Se sono richiesti volumi minori o maggiori di titolante, si consiglia di usare la buretta più appropriata scegliendo tra 5, 10 o 25 ml.

5.5.6 Modalità punto di fine

```
Titration End Point Mode

Select the end point detection.

Equivalence End Point (pH)
Equivalence End Point (mV)
Fixed End Point (pH)
Fixed End Point (mV)

Select | Escape
```

5.5.6.1 Punto di fine fisso (pH o mv)

Punto di fine fisso (pH):
La titolazione viene normalmente terminata quando viene superato il valore di pH pre-impostato. Il volume del punto di fine riportato viene interpolato tra i volumi corrispondenti ai valori di pH subito prima e subito dopo il punto di fine predefinito.

```
Preset pH End Point

Enter the end point pH value.

8.600 pH

The range is from -2.000 to 20.000 pH.

Accept | Escape | Delete Digit
```

L'intervallo possibile va da -2.000 a 20.000 pH.

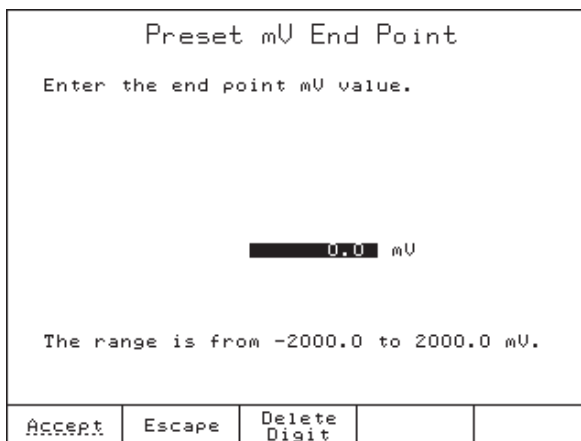
Punto di fine fisso (mV):
L'algoritmo di determinazione del punto di fine è lo stesso usato per il pH, ma il valore di soglia viene espresso in mV.

Preset mV End Point

Enter the end point mV value.

0.0 mV

The range is from -2000.0 to 2000.0 mV.

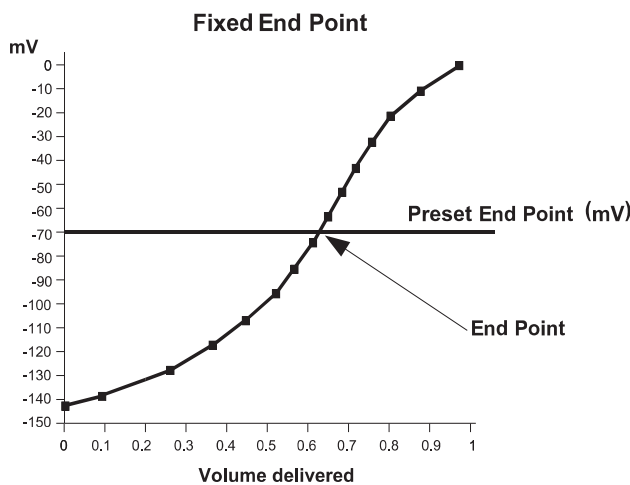
Accept	Escape	Delete Digit		

L'intervallo possibile va da -2000.0 a +2000.0 mV.

Fixed End Point

mV

Preset End Point (mV)

End Point

Volume delivered

5.5.6.2 Punto equivalente (pH or mV)

La titolazione viene normalmente terminata quando viene rilevato il punto equivalente, ovvero il punto in cui la quantità di titolante aggiunto è uguale a quella di analita nel campione, in accordo con la stechiometria della reazione chimica.

Numero di punti equivalenti (solo per HI 902)

Il titolatore può eseguire una titolazioni con più di un punto equivalente, fino ad un massimo di 5.

Number of Equivalence Points

Enter the number of equivalence points to be found.

3 points

The range is between 1 and 5 equivalence points.

Accept | Escape | Delete Digit

Determinazione del punto equivalente

Le derivate prima e seconda della curva di titolazione a S possono essere utilizzate per la determinazione del punto equivalente.

End Point Determination

Select the end point determination.

1st derivative
2nd derivative

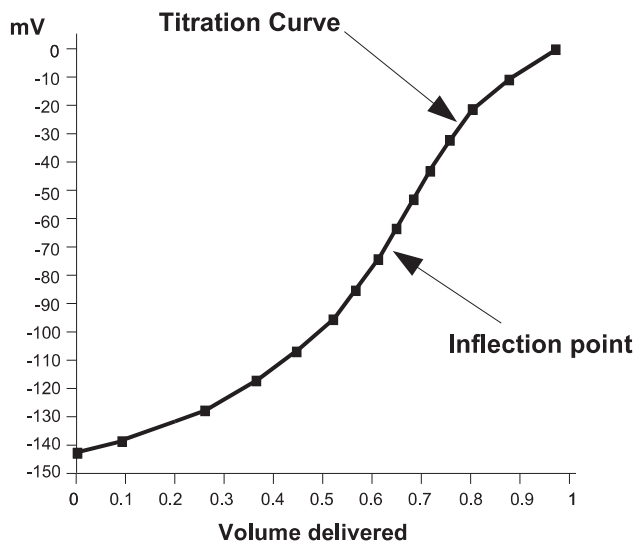
Select | Escape

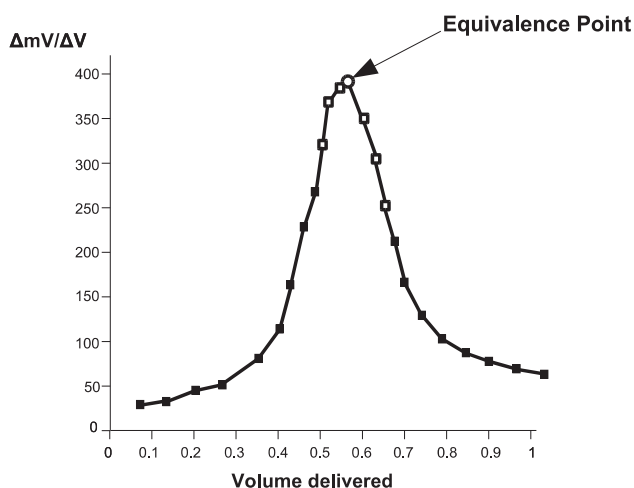
L'algoritmo per la determinazione del punto equivalente richiede l'aggiunta di altre 3 dosi di titolante dopo che è stato raggiunto il punto equivalente.

Il volume del punto di fine riportato viene calcolato sulla base di un certo numero di punti intorno al punto equivalente.

La curva ad S di una titolazione potenziometrica rappresenta i valori in potenziale (mV) o pH misurati da un elettrodo in funzione del volume di titolante aggiunto.

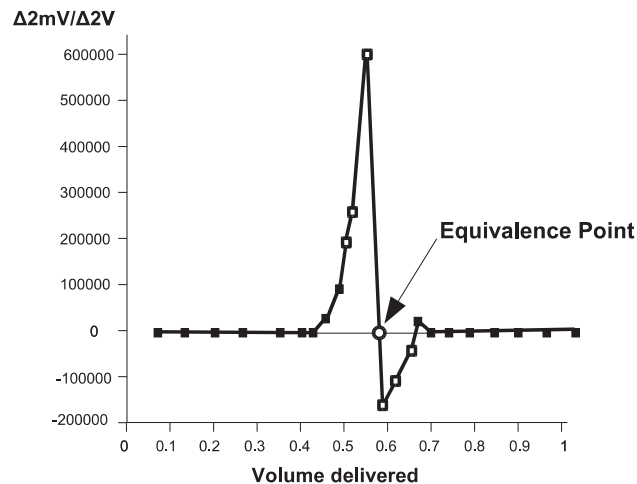
Il punto di flesso della curva di titolazione ad S corrisponde al punto equivalente della reazione chimica.

Questo è rigorosamente vero solo per le curve di titolazione ad S simmetriche. Per le curve asimmetriche, l'errore può essere contenuto dosando volumi minori (maggior numero di punti di misura) intorno al punto equivalente.

Derivata prima

Quando viene usata la derivata prima per l'individuazione del punto equivalente, il punto di massimo della derivata prima corrisponde al punto di flesso della curva di titolazione.

L'algoritmo di rilevazione cerca il valore massimo della derivata prima, che deve comunque essere maggiore di un certo valore di soglia (vedi anche il paragrafo "Opzioni di riconoscimento" a pagina seguente).

Derivata seconda

Quando si usa la derivata seconda per l'individuazione del punto equivalente, il punto che incrocia lo zero sul grafico della derivata seconda corrisponde al flesso della curva di titolazione.

Δ2mV/Δ2V
600000
500000
400000
300000
200000
100000
0
-100000
-200000
0 0.1 0.2 0.3 0.4 0.5 0.6 0.7 0.8 0.9 1
Volume delivered
Equivalence Point

L'algoritmo di individuazione cerca il punto in cui la derivata seconda cambia segno. Inoltre la derivata prima corrispondente al punto individuato deve essere maggiore di un certo valore di soglia (vedi anche il paragrafo seguente "Opzioni di riconoscimento").

Opzioni di riconoscimento

La schermata "Opzioni di riconoscimento" rappresenta una serie di parametri usati per evitare di individuare falsi punti equivalenti. Questo potrebbe essere dovuto al sistema chimico (titolante, campione e concentrazioni coinvolte) e/o alla risposta dell'elettrodo.
La schermata "Opzioni di riconoscimento" è disponibile solo quando viene selezionata l'opzione "Punto equivalente (pH o mV)".

Recognition Options

Select the options for equivalence point recognition.

Threshold 500 mV/mL
Range NO
Filtered Derivatives NO

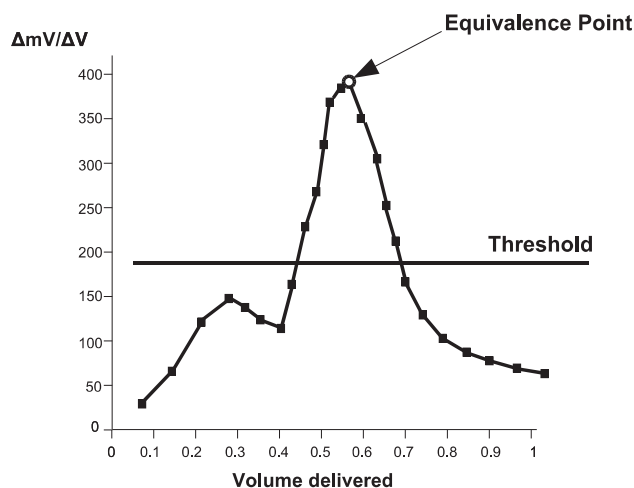
Select | Escape

Soglia

Questo parametro deve essere impostato dall'utente a seconda dell'analisi.
La soglia rappresenta il valore assoluto della derivata prima, espresso in |mV/ml|, al di sotto del quale l'algoritmo di individuazione non cerca il punto equivalente.

```
Threshold

Enter the threshold for equivalence point
detection.

                500 mV/mL

Recommended value is between:
 1 and 450 mV/mL for FLAT Curve,
 450 and 1800 mV/mL for NORMAL Curve,
 1800 and 9999 mV/mL for STEEP Curve.

Accept | Escape | Delete Digit | |
```

L'intervallo possibile va da 1 a 9999 mV/ml.
Il valore consigliato per la soglia è intorno al 40% del massimo valore assoluto stimato per la derivata prima.

ΔmV/ΔV
Equivalence Point
Threshold
Volume delivered

A seconda del profilo della curva di titolazione, si possono usare i seguenti intervalli:

PROFILO CURVA TITOLAZ.	SOGLIA |mV/mL|
PIATTO	da 1 a 450
NORMALE	da 450 a 1800
MOLTO PENDENTE	da 1800 a 9999

Intervallo

Questo è un parametro opzionale per l'individuazione del punto equivalente e rappresenta un intervallo in mV o pH impostato per la rilevazione del punto equivalente.
L'opzione "Intervallo" si può abilitare nella schermata "Opzioni intervallo" scegliendo "Sì".

Range Options

Select option for equivalence point range.

NO
YES

"NO" - without equivalence point range.
"YES" - with equivalence point range.

Select	Escape			

Range Limits

Enter Limit 1 and Limit 2 for range.

-2.0 mV - Limit 1
20.0 mV - Limit 2

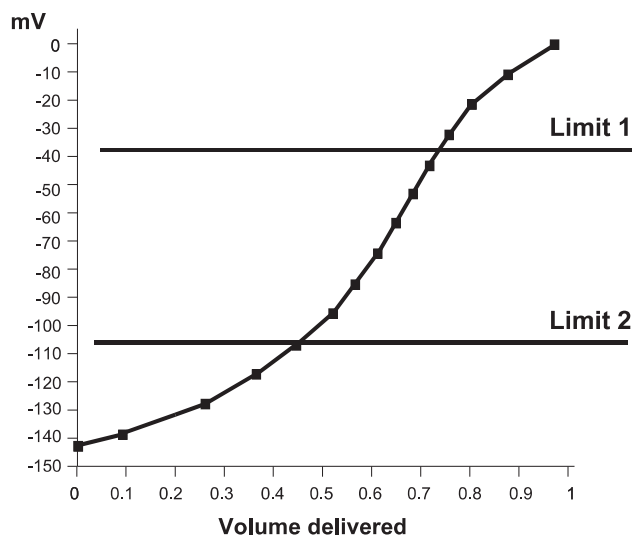
Accept	Escape	Delete Digit	Next	

Limite 1 - È il primo limite dell'intervallo ottenuto durante la titolazione:

Questo valore può andare da -2.000 a 20.000 pH (per il punto equivalente in pH).
Questo valore può andare da -2000.0 a 2000.0 mV (per il punto equivalente in mV).

Limite 2 - È il secondo limite dell'intervallo ottenuto durante la titolazione:

Questo valore può andare da -2.000 a 20.000 pH (per il punto equivalente in pH).
Questo valore può andare da -2000.0 a 2000.0 mV (per il punto equivalente in mV).
Il valore del limite 2 non può essere uguale a quello del limite 1.

mV
Limit 1
Limit 2
Volume delivered

Derivate filtrate

Le derivate filtrate sono una funzione opzionale per l'individuazione del punto equivalente, che aggiunge un filtro all'algoritmo di calcolo delle derivate prima e seconda, in modo da ridurre l'influenza del rumore del segnale.

L'opzione "Derivate filtrate" può essere abilitata nella schermata "Opzione derivate filtrate" scegliendo "Sì".

```
Filtered Derivatives Option

Select option for filtered derivatives.

NO
YES

"NO"  - without filtered derivatives.
"YES" - with filtered derivatives.

Select | Escape
```

Il rumore può essere dovuto a:

- Proprietà del sistema chimico (campione, titolante, solvente), come per esempio reazioni chimiche lente o campioni non tamponati come le acque di scarico, l'acqua del rubinetto o il vino.
- Risposta dell'elettrodo.
- Impostazioni non corrette dei parametri del metodo come la stabilità del segnale, la velocità di agitazione, ecc.
- Dosi troppo piccole di titolante.

***Nota**: anche se la probabilità di individuare falsi punti equivalenti è stata fortemente diminuita, uno spostamento del volume del punto di fine si può talvolta verificare a causa del filtro sulle derivate. Questo spostamento di solito è dell'ordine di una o due dosi rispetto al volume del punto equivalente. Per titolazioni veloci e piccole dosi di titolante questa opzione è comunque molto utile.*

5.5.7 Volume di pre-titolazione

Durante una normale titolazione il punto equivalente viene raggiunto dopo che sono state dispensate molte dosi di titolante. La maggior parte di queste aggiunte di titolante richiedono tempo ma non hanno alcuna rilevanza per l'individuazione del punto equivalente.

Il volume di pre-titolazione serve ad aggiungere una grande dose iniziale per partire poi direttamente in prossimità del punto equivalente.

Questo primo dosaggio viene fatto subito dopo il periodo di pre-agitazione.

I valori permessi per il volume di pre-titolazione dipendono dal volume totale della buretta:

da 0.001 a 4.500 ml per burette da 5 ml
da 0.001 a 9.000 ml per burette da 10 ml
da 0.005 a 22.500 ml per burette da 25 ml

Pre-Titration Volume

Enter the initial titrant volume to be dispensed.

9.000 mL

Press Help to view the valid ranges for the pre-titration volume.

Accept	Escape	Delete Digit		

Se non si vuole usare un volume di pre-titolazione, impostare questo parametro a 0.000 ml.

Nota: *se possibile, si consiglia di utilizzare questa opzione, in modo da ridurre notevolmente i tempi di analisi.*

5.5.8 Periodo di pre-agitazione

Quando viene abilitata questa opzione, il campione viene miscelato per un certo periodo di tempo prima di iniziare la titolazione, in modo da avere una soluzione omogenea.

Pre-Titration Stir Time

Enter the initial mixing time prior to the start of the titration.

10 seconds

The range is from 0 to 180 seconds.

Accept	Escape	Delete Digit		

Tale periodo può andare da 0 a 180 secondi. Se viene impostato il valore 0, l’opzione è disabilitata.

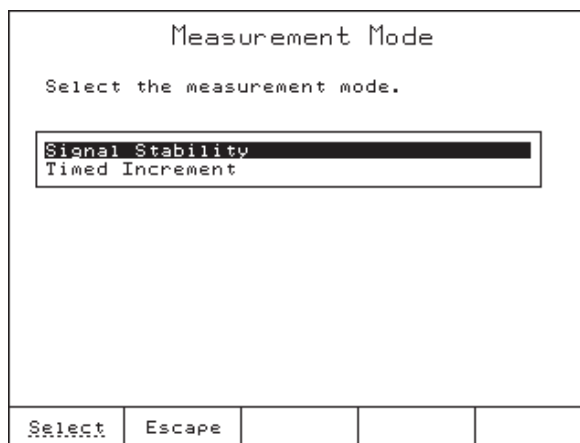
5.5.9 Modalità di misura

Durante una titolazione, è possibile acquisire i valori di potenziale (mV) della soluzione in due modi: usando l'opzione "Stabilità del segnale" oppure "Incrementi a tempo".

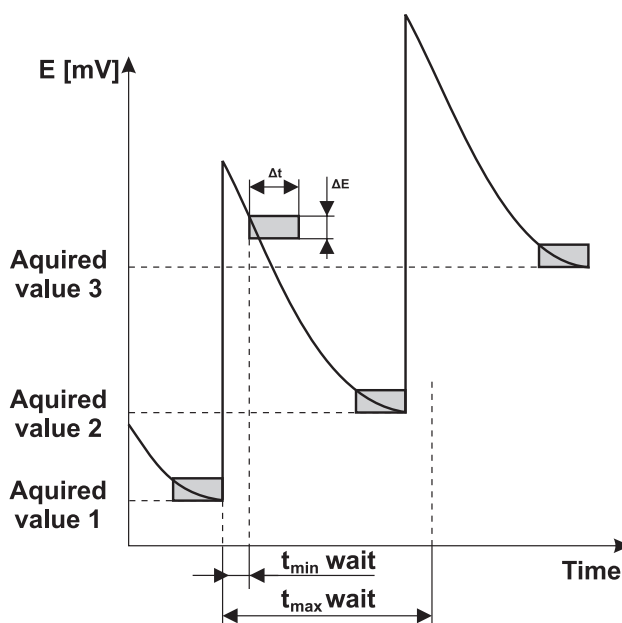
Measurement Mode

Select the measurement mode.

Signal Stability
Timed Increment

Select	Escape			

L'aggiunta della dose successiva viene fatta subito dopo che è stato misurato il potenziale della soluzione.

5.5.9.1 Stabilità del segnale

Quando viene scelta l'opzione "Stabilità del segnale", il titolatore acquisisce il valore di potenziale della soluzione solo quando viene raggiunta la condizione di stabilità.
La risposta dell'elettrodo dopo ogni aggiunta e i principi della finestra di stabilità sono mostrati nel grafico qui sotto e spiegati alla pagina seguente.

La finestra (condizione) di stabilità del segnale rappresenta l'intervallo di tempo Δt durante il quale il potenziale (mV) misurato in soluzione è all'interno dell'intervallo di potenziale ΔE.
Il nuovo valore di segnale viene acquisito se viene raggiunta la condizione di stabilità, ma non prima che sia trascorso il tempo minimo di attesa (*t min wait*).
Se viene superato il tempo massimo di attesa (*t max wait*) e la condizione di stabilità non è stata raggiunta, il potenziale viene comunque acquisito e viene aggiunta una nuova dose di titolante.

```
Signal Stability

Enter mV variation (delta E) in the time
interval (delta t) min and max wait time
period to the next sample measurement.

      0.3  mV       - delta E
      1.5  seconds  - delta t
        5  seconds  - t min wait
       30  seconds  - t max wait

Accept | Escape | Delete Digit | Next |
```

delta E rappresenta l'altezza della finestra di stabilità del segnale e può assumere valori da 0.1 a 99.9 mV.

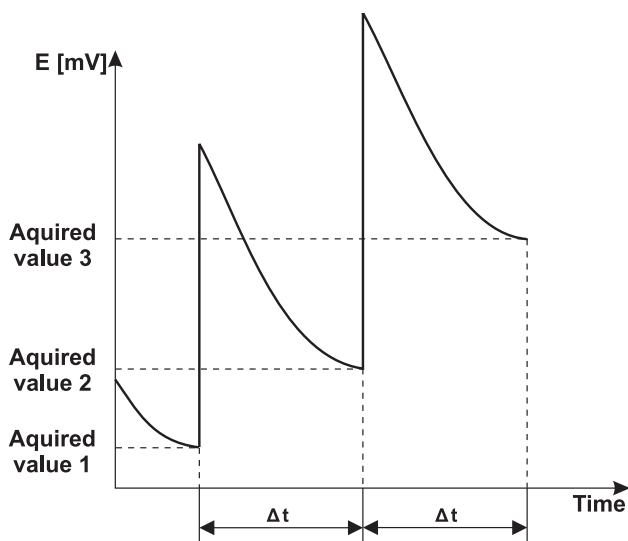
delta t rappresenta la larghezza della finestra di stabilità del segnale e può assumere valori da 0.5 a 10.0 secondi.

t min wait è il tempo minimo che deve trascorrere prima di controllare la stabilità del segnale. È anche il tempo minimo tra due dosi successive.
Può assumere valori che vanno da 2 secondi a *t max wait*.

t max wait è il tempo massimo che può trascorrere tra due dosi successive. Se viene superato questo valore, viene aggiunta una nuova dose di titolante anche se la condizione di stabilità non era stata raggiunta.
Può assumere valori che vanno da *t min wait* a 180 secondi.

5.5.9.2 Incremento a tempo

Quando viene scelta l'opzione "Incremento a tempo", l'acquisizione del valore di potenziale (mV) della soluzione viene eseguita ad intervalli di tempo fissi (senza alcun controllo della stabilità del segnale).
I periodo di tempo tra due acquisizioni successive deve essere impostato in accordo con la reazione chimica coinvolta e con i tempi di risposta dell'elettrodo.
L'intervallo possibile va da 2 a 180 secondi.

E [mV]
Aquired value 3
Aquired value 2
Aquired value 1
Time
Δt
Δt

```
Timed Increment

Enter the period of time to wait until
the next dose.

                5 seconds

The range is from 2 to 180 seconds.

Accept | Escape | Delete Digit | |
```

5.5.10 Tipo di elettrodo

Inserire il tipo di elettrodo, usando fino ad un massimo di 24 caratteri. Il tipo di elettrodo verrà indicato nel rapporto di titolazione.

Electrode Type

Select the highlighted letter by using the arrow keys then press "Enter". Select the empty field for a space. Press Accept to save the electrode type.

A B C D E F G H I J K L M
N O P Q R S T U V W X Y Z
a b c d e f g h i j k l m
n o p q r s t u v w x y z
0 1 2 3 4 5 6 7 8 9 ( ) /
_ . & ^ - , < = > + * %
ì è é ò à ù ç ß Ü ü ö Ö ä
Ä i ¿ Ñ ñ ° µ ' # ! $ \ :

pH

Accept	Escape	Delete Letter	Cursor Left	Cursor Right

5.5.11 Opzione bianco

Questa funzione permette all'operatore di scegliere la procedura per il calcolo del bianco (dove “V” è il volume di titolante dosato durante la titolazione e “Bianco” è il volume di titolante consumato dal bianco).

Blank Option

Select the option.

V - Blank
Blank - V
No Blank

Select	Escape			

Blank Value

Enter the blank volume in liters.

1.2530E-3 L

Accept	Escape	Delete Digit		

Se viene scelta una delle opzioni (“V-Bianco” o “Bianco-V”), nella schermata “Vedi/modifica metodo” diventerà attivo il parametro “Valore Bianco”, che potrà essere impostato dall’operatore (in litri).

5.5.12 Calcoli

Il titolatore eseguirà i calcoli necessari per fornire il risultato dell’analisi. Il risultato finale viene calcolato usando il volume del punto di fine (volume di titolante al punto equivalente o al punto di fine fissato) ed una formula impostata dall’operatore.

Calculations

Select either the calculation to be performed or modify the variables.

Edit Variable Values
No Formula (mL only)
No Formula (L only)
Sample Calc. by Weight
Sample Calc. by Volume
Stdz. Titrant by Weight
Stdz. Titrant by Volume
Generic Formula

Select	Escape			

5.5.12.1 Titolazioni standard

Modifica del valore delle variabili

Questa opzione permette all’operatore di cambiare i valori delle variabili usate in calcolo precedentemente selezionato.
Per ogni formula è possibile modificare solo alcune variabili.

Nessuna formula (solo ml)

Se viene scelta questa opzione, viene visualizzato solo il volume di titolante dosato, in ml.

Nessuna formula (solo litri)

Se viene scelta questa opzione, viene visualizzato solo il volume di titolante dosato, in litri.

Titrant Units

Select the titrant unit.

M (mol/L)
N (eq/L)
g/L
mg/L

Select | Escape

Final Result Units

Select the unit for your results.

ppt (g/Kg)
ppm (mg/Kg)
ppb (µg/Kg)
% = (g/100g)
mg/g
mg/Kg
mol/Kg
mmol/g
eq/Kg
meq/Kg

Select | Escape

Calcolo del campione in peso

Questo tipo di calcolo si dovrebbe usare quando l'analita è in un campione solido. I risultati sono basati sul peso iniziale del campione espresso in grammi. Quando viene scelta questa formula, selezionare prima "Unità titolante" e poi "Unità risultato finale". Il titolatore fornirà i risultati basati sulle unità di misura impostate.

Unità di misura del titolante:

M (mol/L)	(moli/litro)
N (eq/L)	(equivalenti/litro)
g/L	(grammi/litro)
mg/L	(milligrammi/litro)

Unità di misura del risultato finale:

ppt (g/kg)	(parti per migliaia; grammi/chilogrammo)
ppm (mg/kg)	(parti per milione; milligrammi/chilogrammo)
ppb (µg/Kg)	(parti per miliardo; microgrammi/chilogrammo)
% = g/100 g	(percentuale in peso; grammi/100 grammi)
mg/g	(milligrammi/grammo)
mg/kg	(milligrammi/chilogrammo)
mol/kg	(moli/chilogrammo)
mmol/g	(millimoli/grammo)
eq/kg	(equivalenti/chilogrammo)
meq/kg	(milliequivalenti/chilogrammo)

Se viene scelta l'unità M (mol/L) per il titolante e g/kg (grammi/chilogrammo) per il risultato, la formula usata per generare il risultato sarà la seguente:

Calculating Sample Concentration

M (mol/L) --> ppt (g/Kg)

The calculation is:

$$\frac{V \times \frac{mol}{L} \times \frac{mol}{mol} \times \frac{g}{mol}}{g \times \frac{Kg}{1000g}}$$

Select the variables to change value.
V = volume dispensed in liters.

1.000 mol/L -> titrant conc.
1.000 mol/mol -> (sample/titrant)
1.000 g/mol -> mw of sample
1.000 g -> sample weight

Select	Escape	Save / Exit		

Alcune variabili possono essere impostate a seconda delle quantità di campione e titolante utilizzate.

Calcolo del campione in volume

Questo tipo di calcolo si dovrebbe usare quando l'analita è un campione liquido. I risultati sono basati sul volume iniziale del campione espresso in ml. Quando si sceglie la formula, impostare prima "Unità titolante" e poi "Unità risultato finale".

Titrant Units

Select the titrant unit.

M (mol/L)
N (eq/L)
g/L
mg/L

Select	Escape			

Final Result Units

Select the unit for your results.

ppt (g/L)
ppm (mg/L)
ppb (µg/L)
M (mol/L)
N (eq/L)
g/L
mg/L
µg/L
mol/L
mmol/L
mg/mL
mg/100mL
g/100 mL
eq/L

Select	Escape		Page Up	Page Down

Il titolatore fornirà i risultati basati sulle unità di misura impostate.

Unità di misura del titolante:

M (mol/L)	(moli/litro)
N (eq/L)	(equivalenti/litro)
g/L	(grammi/litro)
mg/L	(milligrammi/litro)

Unità di misura del risultato finale:

- ppt (g/L) (parti per migliaia; grammi/litro)
- ppm (mg/L) (parti per milione; milligrammi/litro)
- ppb (µg/L) (parti per miliardo; microgrammi/litro)
- M (mol/L) (Molarità; moli/litro)
- N (eq/L) (Normalità; equivalenti/litro)
- mg/L (milligrammi/litro)
- µg/L (microgrammi/litro)
- mmol/L (millimoli/litro)
- mg/mL (milligrammi/millilitro)
- mg/100 mL (milligrammi/100 millilitri)
- g/100 mL (grammi/100 millilitri)
- eq/L (equivalenti/litro)
- meq/L (milliequivalenti/litro)

Se viene scelta l'unità N (eq/L) per il titolante e g/L (grammi/litro) per il risultato, la formula usata per generare il risultato sarà la seguente:

Calculating Sample Concentration

N (eq/L) --> g/L

The calculation is:

$$\frac{V \times \frac{eq}{L} \times \frac{mol}{eq} \times \frac{g}{mol}}{mL \times \frac{L}{1000mL}}$$

Select the variables to change value.
V = volume dispensed in liters.

1.000 eq/L -> titrant conc.
1.000 mol/eq -> (sample/titrant)
1.000 g/mol -> mw of sample
1.000 mL -> sample volume

Select | Escape | Save / Exit

Alcune variabili possono essere impostate a seconda delle quantità di campione e titolante utilizzate.

Standardizzazione del titolante in peso

Questo tipo di calcolo si dovrebbe usare quando la standardizzazione del titolante (determinazione della concentrazione) viene fatta con uno standard solido. La determinazione della concentrazione del titolante risulta quindi basata sul peso (in grammi) dello standard primario.

Titrant Units

Select the titrant unit.

M (mol/L)
N (eq/L)
g/L
mg/L

Select	Escape			

Il titolatore eseguirà i calcoli in base all’unità di misura scelta per il titolante.

Calculating Titrant Concentration

The titrant concentration unit is N (eq/L).

The calculation is:

$$\frac{g \times \frac{mol}{g} \times \frac{eq}{mol}}{V}$$

Select the variables to change value.
V = volume dispensed in liters.

0.200 g -> standard weight
204.23 g/mol -> mw of standard
1.000 eq/mol -> (titrant/standard)

Select	Escape	Save / Exit		

Standardizzazione del titolante in volume

Questo tipo di calcolo si dovrebbe usare quando la standardizzazione del titolante (determinazione della concentrazione) viene fatta con una soluzione standard. La determinazione della concentrazione del titolante risulta quindi basata sul volume (in ml) dello standard primario.
Il titolatore eseguirà i calcoli in base all’unità di misura scelta per il titolante.

Formula generica

Questa opzione permette all’operatore di definire una propria formula per il calcolo della concentrazione finale di analita, sia solido che liquido.
Le variabili possono essere impostate per raggiungere un risultato espresso in una qualsiasi delle seguenti unità di misura:

ppt (g/kg) (parti per migliaia; grammi/chilogrammo)
ppt (g/L) (parti per migliaia; grammi/litro)
ppm (mg/kg) (parti per milione; milligrammi/chilogrammo)
ppm (mg/L) (parti per milione; milligrammi/litro)

ppb (µg/kg)	(parti per miliardo; microgrammi/chilogrammo)
ppb (µg/L)	(parti per miliardo; microgrammi/litro)
% = g/100 g	(percentuale in peso; grammi/100 grammi)
M (mol/L)	(Molarità; moli/litro)
mg/g	(milligrammi/grammo)
N (eq/L)	(Normalità; equivalenti/litro)
mg/kg	(milligrammi/chilogrammo)
mg/L	(milligrammi/litro)
mol/kg	(moli/chilogrammo)
µg/L	(microgrammi/litro)
mmol/g	(millimoli/grammo)
eq/kg	(equivalenti/chilogrammo)
mmol/L	(millimoli/litro)
meq/kg	(milliequivalenti/chilogrammo)
mg/mL	(milligrammi/millilitro)
mg/100 mL	(milligrammi/100 millilitri)
g/100 mL	(grammi/100 millilitri)
eq/L	(equivalenti/litro)
meq/L	(milliequivalenti/litro)
No Unità	(risultato senza unità di misura)

Final Result Units

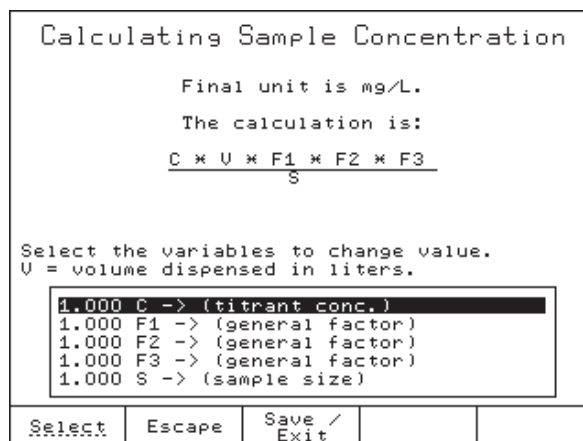
Select the unit for your results.

% = (g/100g)
mg/g
mg/Kg
mol/Kg
mmol/g
eq/Kg
meq/Kg
ppt (g/L)
ppm (mg/L)
ppb (µg/L)
M (mol/L)
N (eq/L)
g/L
mg/L

Select | Escape | | Page Up | Page Down

La formula può essere usata sia per la standardizzazione del titolante sia per l'analisi del campione.

$$\frac{C*V*F1*F2*F3}{S}$$

```
Calculating Sample Concentration

Final unit is mg/L.

The calculation is:

C * V * F1 * F2 * F3
         S

Select the variables to change value.
V = volume dispensed in liters.

1.000 C -> (titrant conc.)
1.000 F1 -> (general factor)
1.000 F2 -> (general factor)
1.000 F3 -> (general factor)
1.000 S -> (sample size)

Select | Escape | Save / Exit | |
```

Dove:

C = concentrazione del titolante

F1 = fattore generico

F2 = fattore generico

F3 = fattore generico

S = quantità campione, in grammi o millilitri

V = volume dosato, in litri, per raggiungere il punto di fine pre-impostato o il punto equivalente determinato dal titolatore

Concentrazione del titolante:

L'unità di misura per la concentrazione di titolante può essere:

mol/L	(moli/litro)
eq/L	(equivalenti/litro)
g/L	(grammi/litro)
mg/L	(milligrammi/litro)

Uno dei fattori generici dovrebbe essere utilizzato come fattore stechiometrico, un altro come fattore di conversione dell'unità di misura ed il terzo come conversione del peso.

Fattore chimico:

Questo fattore è il rapporto di combinazione chimica tra l'analita ed il titolante o tra lo standard ed il titolante.

Nel caso particolare in cui tale rapporto di combinazione venga espresso il moli, si parla di fattore stechiometrico.

Questo fattore può essere espresso nei seguenti modi:

mol/mol	(moli di campione/moli di titolante)
mol/eq	(moli di campione/equivalenti di titolante)
eq/mol	(equivalenti di campione/moli di titolante)
mol/mol	(moli di titolante/moli di standard)
eq/mol	(equivalenti di titolante/moli di standard)

Esempio: 2 moli di NaOH reagiscono con 1 mole di H_2SO_4

Fattore di conversione dell'unità di misura:

Viene usato per convertire le unità di misura a seconda delle esigenze di calcolo.

Esempio: L/1000 —> ml
g/1000 —> mg

Fattore di conversione del peso:

Viene usato per convertire i pesi a seconda delle esigenze di calcolo (kg, g, mg, µg o moli, mmoli).

Esempio: g —> mol

5.5.12.2 Titolazioni di ritorno (solo per HI 902)

Calculations

Select either the calculation to be performed or modify the variables.

Sample Calc. by Weight
Sample Calc. by Volume
Generic Formula

Select | Escape

Calcolo del campione in peso

Quando viene scelta questa formula, è necessario impostare le unità di misura del titolante 1, del titolante 2 e del risultato finale.

```
                Titrant 1 Units

  Select the titrant 1 unit.

  M (mol/L)
  N (eq/L)
  g/L
  mg/L

Select | Escape | | |
```

```
                Titrant 2 Units

  Select the titrant 2 unit.

  M (mol/L)
  N (eq/L)
  g/L
  mg/L

Select | Escape | | |
```

```
              Final Result Units

  Select the unit for your results.

  ppt (g/Kg)
  ppm (mg/Kg)
  ppb (µg/Kg)
  % = (g/100g)
  mg/g
  mg/Kg
  mol/Kg
  mmol/g
  eq/Kg
  meq/Kg

Select | Escape | | |
```

Se l'unità scelta per il titolante è M (mol/L), per il titolante 2 è M (mol/L) e per il risultato finale è mg/g (milligrammi/grammo), la formula usata per calcolare la quantità di titolante 1 usato nella prima fase della titolazione sarà la seguente:

```
           Calc. Direct Titr. Volume

   Titr1 Unit: M (mol/L)-->Result Unit: L

              The calculation is:
```

$$\frac{g \times \frac{mol}{g} \times f}{\frac{mol}{L} \times \frac{mol}{mol}}$$

```
  Select the variables to change value.

  1.000 g -> sample weight
  1.000 g/mol -> mw of sample
  1.000 f ->(excess factor)
  1.000 mol/L -> titrant 1 conc.
  1.000 mol/mol -> (sample/titrant 1)

Select | Escape | | Next |
```

La formula è basata su un'approssimazione: la concentrazione del campione è 100% w/w. Con questa approssimazione il titolatore calcolerà il volume di titolante 1 necessario a consumare il campione e lo moltiplicherà per un fattore di eccesso in modo da aumentare o diminuire la quantità di titolante 1 dosato.
Alcune variabili possono essere impostate in accordo con la quantità di campione e titolante 1 utilizzate.
Quando i parametri della formula sono stati impostati, premere <Prossimo> per procedere con la formula successiva da usare nell'algoritmo della titolazione di ritorno.
Se non si vuole usare la formula "Calc. Diretto Vol. Titolante", allora nella schermata "Vedi/modifica metodo" eseguire le seguenti operazioni:

- evidenziare l'opzione "Inserire titolante 1" e premere <Seleziona>.
- evidenziare l'opzione "Peso o volume fisso" e premere <Seleziona>. Sarà a questo punto possibile inserire il volume di titolante 1 da dosare nella prima fase della titolazione di ritorno.

Questa formula è usata per calcolare il volume di titolante 1 che rimane dopo aver reagito con il campione.

Titrant 1 Entry

Select the type of titrant 1 entry.

Calculated By Formula
Fixed By User

Select | Escape

Per calcolare questo volume, il volume in eccesso di titolante 1 viene titolato con il titolante 2, con una titolazione con individuazione del punto equivalente pH/mV.
Dopo aver calcolato il volume di titolante in eccesso, viene utilizzata la seguente formula per calcolare il volume esatto di titolante 1 che è stato consumato dal campione:

$$V1 = V1tot - V1eccesso$$

Quando tutti i parametri sono stati impostati, premere <Prossimo> per procedere con la formula "Calcolo concentrazione campione":

Calculating Sample Concentration

Final unit is mg/g:

The calculation is:

$$\frac{V1 \times \frac{mol}{L} \times \frac{mol}{mol}}{g \times \frac{mol}{g} \times \frac{g}{1000mg}}$$

Select the variables to change value.
V1 = volume dispensed in liters

1.000 mol/L -> titrant1 conc.
1.000 mol/mol -> (sample/titrant1)
1.000 g -> sample weight
1.000 g/mol -> mw of sample

Select	Escape	Save / Exit		

Calcolo del campione in volume

Se viene scelta questa opzione, procedere come segue:

Titrant 1 Units

Select the titrant 1 unit.

M (mol/L)
N (eq/L)
g/L
mg/L

Select	Escape			

⇐ Per prima cosa scegliere l'unità di misura del titolante 1

Titrant 2 Units

Select the titrant 2 unit.

M (mol/L)
N (eq/L)
g/L
mg/L

Select	Escape			

⇐ Quindi scegliere l'unità di misura del titolante 2

Final Result Units

Select the unit for your results.

ppt (g/L)
ppm (mg/L)
ppb (µg/L)
M (mol/L)
N (eq/L)
g/L
mg/L
µg/L
mol/L
mmol/L
mg/mL
mg/100mL
g/100 mL
eq/L

Select	Escape		Page Up	Page Down

⇐ Infine scegliere l’unità di misura del risultato finale

Il titolatore eseguirà i calcoli in base alle unità di misura selezionate per i titolanti e per il risultato finale.

Calc. Direct Titr. Volume

Titr1 Unit: M (mol/L)-->Result Unit: L

The calculation is:

$$\frac{mL \times \frac{L}{1000mL} \times \frac{g}{L} \times \frac{mol}{g} \times f}{\frac{mol}{L} \times \frac{mol}{mol}}$$

Select the variables to change value.

1.000 mL -> sample volume
1.000 g/L -> sample max conc.
1.000 g/mol -> mw of sample
1.000 f ->(excess factor)
1.000 mol/L -> titrant1 conc.

Select	Escape		Next	

Dopo aver scelto le unità di misura dei titolanti e del risultato finale, il titolatore visualizzerà una schermata con la formula con cui viene calcolata la quantità di titolante 1 usato nella prima fase della titolazione di ritorno.
Questa formula di calcolo è usata per avere una concentrazione approssimata del campione (max conc. campione) e viene impiegata quando si ha un’idea della concentrazione del campione, per esempio si sa che la concentrazione del campione è intorno a 1 M (mol/L).
Se invece non si ha alcuna informazione di questo tipo, allora è necessario eseguire le seguenti operazioni nella schermata “Vedi/modifica metodo”:

- evidenziare l’opzione “Inserire titolante 1” e premere <Seleziona>.
- evidenziare l’opzione “Fissata da utente” e premere <Seleziona>. A questo punto sarà possibile inserire il volume di titolante 1 da dosare nella prima fase della titolazione di ritorno.

Con questa approssimazione, il titolatore calcolerà il volume di titolante 1 necessario a consumare il campione e lo moltiplicherà per un fattore di eccesso, in modo da aumentare o diminuire la quantità di titolante da dosare.

```
Calc. Excess Volume Of Titr1.

M (mol/L) + M (mol/L)  --> L

The calculation is:
```

$$\frac{V2 \times \frac{mol}{L} \times \frac{mol}{mol}}{\frac{mol}{L}}$$

```
V1 = V1tot - V1 excess
Select the variables to change value.
V2 = backtitr. vol. dispensed in liters.

1.000 mol/L -> titrant2 conc.
1.000 mol/mol -> (titrant1/titrant2)
1.000 mol/L -> titrant1 conc.

Select | Escape | | Next |
```

Quando i parametri della formula sono stati impostati, premere <Prossimo> per procedere con la formula successiva da usare nell'algoritmo della titolazione di ritorno.
Questa formula è usata per calcolare il volume di titolante 1 che rimane dopo aver reagito con il campione.
Per calcolare questo volume, il volume in eccesso di titolante 1 viene titolato con il titolante 2, con una titolazione con individuazione del punto equivalente pH/mV.
Dopo aver calcolato il volume di titolante in eccesso, viene utilizzata la seguente formula per calcolare il volume esatto di titolante 1 che è stato consumato dal campione:

$$V1 = V1tot - V1eccesso$$

Quando tutti i parametri sono stati impostati, premere <Prossimo> per procedere con la formula "Calcolo concentrazione campione":

```
Calculating Sample Concentration

Final unit is g/L:

The calculation is:
```

$$\frac{V1 \times \frac{mol}{L} \times \frac{mol}{mol}}{mL \times \frac{L}{1000mL} \times \frac{mol}{g}}$$

```
Select the variables to change value.
V1 = volume dispensed in liters

1.000 mol/L -> titrant1 conc.
1.000 mol/mol -> (sample/titrant1)
1.000 mL -> sample volume
1.000 g/mol -> mw of sample

Select | Escape | Save / Exit | |
```

Formula generica

Questa opzione permette all'operatore di definire una formula per il calcolo del "Volume titolazione diretta", "Volume in eccesso titolante 1" e "Concentrazione finale campione" in un campione solido o liquido.

5.5.13 Opzione diluizione

Questa opzione abilita i calcoli da fare per tener conto della diluizione. Quando il campione iniziale viene diluito, la titolazione viene eseguita con un'aliquota del campione diluito.
I calcoli vengono fatti in peso o volume in modo da fornire il risultato per il campione iniziale.

```
Dilution Parameters

Select the option.

Final Dilution Volume:        100.000 mL
Aliquot Volume:                10.000 mL
Analyte size to be diluted:     1.000 g

Select | Escape | | |
```

Volume finale diluizione: volume totale del campione dopo la diluizione.

Volume aliquota: volume dell'aliquota di campione usata per la titolazione.

Quantità di analita da diluire: peso (o volume) iniziale del campione.

La quantità di campione usata nei calcoli sarà:

$$\frac{\text{Quantità analita da diluire} * \text{Volume aliquota}}{\text{Volume finale diluizione}}$$

5.5.14 Nome del titolante

Inserire il nome del titolante (massimo 24 caratteri). Questo nome sarà indicato anche nel rapporto di titolazione.

```
Titrant Name

Select the highlighted letter by using
the arrow Keys then press "Enter".
Select the empty field for a space.
Press Accept to save the titrant name.

A B C D E F G H I J K L M
N O P Q R S T U V W X Y Z
a b c d e f g h i j k l m
n o p q r s t u v w x y z
0 1 2 3 4 5 6 7 8 9 ( ) /
_ . &   ^ - , < = > + * %
ì è é ò à ù ç ß Ü ü ö Ö ä
Ä i ¿ Ñ Ñ ° µ ' # ! $ \ :

NaOH

Accept | Escape | Delete Letter | Cursor Left | Cursor Right
```

5.5.15 Concentrazione del titolante

Inserire la concentrazione di titolante da usare. Quando si determina la concentrazione di titolante è possibile inserire solo l’unità di misura.

5.5.16 Quantità di analita

Inserire la quantità di campione (per determinazioni di concentrazione del campione) o dello standard (per standardizzazioni di titolante).

5.5.17 Inserimento dell’analita

Con questa opzione si seleziona la modalità di inserimento dell’analita.

```
Analyte Entry

Select the entry mode of analyte.

Fixed Weight or Volume
Manual Weight or Volume

Verify the correct formula is being used,
I.E. weight or volume analyte type.

Select | Escape | | |
```

5.5.17.1 Peso o volume fisso

Ogni titolazione userà per i calcoli lo stesso peso o volume di analita predefinito.

5.5.17.2 Peso o volume manuale

Ogni titolazione utilizzerà un diverso peso o volume di analita. Il titolatore chiederà di inserire il peso o volume dell'analita all'inizio di ogni titolazione.

5.5.18 Inserimento titolante 1 (solo per HI 902)

Scegliere la modalità per valutare la quantità necessaria di titolante 1 per la prima fase della titolazione di ritorno.

Titrant 1 Entry

Select the entry mode of titrant 1.

Calculated By Formula
Fixed By User

Select	Escape			

5.5.18.1 Calcolato con una formula

Il volume di titolante 1 da dosare nella prima fase della titolazione di ritorno verrà calcolato con una formula (vedi schermata "Calc. diretto vol. titolante" a pagina 5-35).

5.5.18.2 Fissato dall'utente

Un volume fisso di titolante 1 verrà usato durante la prima fase della titolazione di ritorno (titolazione diretta).

Direct Titration Volume

Enter the volume of titrant which will be dispensed during direct titration.

10.000 mL

This volume will be dispensed when Fixed By User option is selected.

Accept	Escape	Delete Digit		

5.5.19 Volume massimo di titolante

Il volume massimo di titolante usato nella titolazione deve essere impostato a seconda della specifica analisi.
Se non viene raggiunto il punto di fine titolazione (fisso o punto equivalente), la titolazione verrà terminata in maniera anomala dopo che è stato dosato il volume massimo di titolante. Sul display apparirà un messaggio di errore per avvisare l'operatore.

Maximum Titrant 2 Volume

Enter the maximum titrant volume to be dispensed.

25.000 mL

Recommend the total volume of the burette.

Accept	Escape	Delete Digit		

L'intervallo possibile va da 0.100 a 100.000 ml.

5.5.20 Velocità di agitazione

Stirring Speed

Enter the speed of the stirrer during the titration.

1000 RPM

The range is from 0 to 2500 RPM.

Accept	Escape	Delete Digit		

La velocità di agitazione può essere impostata tra 0 e 2500 RPM con risoluzione 100 RPM.
Il valore pre-impostato per la velocità di agitazione del metodo corrente viene usato per l'intero processo.
Inoltre, la velocità può essere regolata usando i tasti freccia su e giù quando l'agitatore è in funzione.

5.5.21 Intervallo di potenziale

L'intervallo permesso per il potenziale in ingresso può essere definito dall'operatore. Al di fuori dei limiti impostati, se la titolazione è in corso, verrà terminata in maniera anomala e comparirà un messaggio di errore.
Questi limiti forniscono una protezione da quelle titolazioni che non arrivano ad un punto di fine a causa di potenziali fuori scala.

Potential Range

Enter the upper and lower potential.

2000.0 mV - Upper Limit
-2000.0 mV - Lower Limit

Press Next to move to the next entry.

Accept	Escape	Delete Digit	Next	

Questi intervalli devono essere impostati entro una finestra che va da -2000.0 a 2000.0 mV.

5.5.22 Volume/Velocità di flusso

La velocità di flusso per il sistema di dosaggio può essere impostata in un intervallo che va da 0.1 a due volte il volume della buretta, ovvero:

da 0.1 a 10 ml/min per burette da 5 ml
da 0.1 a 20 ml/min per burette da 10 ml
da 0.1 a 50 ml/min per burette da 25 ml

Nota: *il titolatore riconosce automaticamente e visualizza sul display il volume della buretta.*

Flow Rate

Enter the titrant flow rate.

50.0 mL/min

The range is from 0.1 to twice the total volume of the burette.

Accept	Escape	Delete Digit		

La velocità di flusso rimane impostata per tutte le operazioni della buretta.

5.5.23 Media del segnale

Questa opzione abilita o disabilita un filtro sulle letture mV/pH.
Se viene scelta l'opzione "1 Lettura", il filtro è disabilitato, altrimenti il titolatore calcolerà la media delle ultime 2, 3 o 4 letture (a seconda dell'opzione scelta). Il valore risultante verrà visualizzato sul display e usato per i calcoli.

```
Signal Averaging

Select the number of readings to be
averaged.

1 Reading
2 Readings
3 Readings
4 Readings

Select | Escape
```

Eseguire la media su più letture è utile quando l'elettrodo riceve un segnale rumoroso.

5.5.24 Formato del risultato finale

Questa opzione permette di scegliere il formato (numero di posizioni decimali o formato esponenziale) in cui verrà visualizzato il risultato finale della titolazione.

```
Final Result Format

Select the desired format for displaying
the final titration result.

X
X.X
X.XX
X.XXX
X.XXXX
X.XXXXX
Exponential

Select | Escape
```

5.6 Stampa

Per stampare i parametri del metodo, premere <Opzioni metodo> dalla schermata principale. Premere <Stampa metodo> ed attendere alcuni secondi in modo che la stampante termini il suo lavoro.

Se non c'è alcuna stampante collegata all'apposito connettore o se la stampante è spenta, un messaggio di errore comparirà sul display.

Vedi sezione 9.3.3 "Collegamento della stampante" per maggiori dettagli su come collegare una stampante al titolatore.

Capitolo 6. Indice

6 MODALITÀ TITOLAZIONE

6.1 Inizio della titolazione

Prima di iniziare una titolazione, assicurarsi che siano soddisfatte le seguenti condizioni:

- almeno una pompa sia correttamente installata
- una buretta sia montata sulla pompa e riempita di titolante
- il tubo di aspirazione sia inserito nella bottiglia del titolante e il tubo di dosaggio sia posizionato sopra al beaker contenente l’analita
- elettrodo e sonda di temperatura siano immersi nel beaker contenente l’analita
- il metodo da utilizzare sia stato selezionato ed i parametri siano stati impostati al meglio

6.1.1 Titolazione in corso

Per iniziare una nuova titolazione, premere il pulsante “start/stop” dalla schermata principale. Quando inizia la titolazione:

- l’elica dell’agitatore gira (se abilitata)
- se è abilitata l’opzione di pre-agitazione, il campione viene mescolato per il tempo previsto (vedi paragrafo 5.5.8 “Tempo di pre-agitazione”)
- se è abilitata l’opzione per il dosaggio di un volume di pre-titolazione, verrà dosato il volume impostato (vedi paragrafo 5.5.7 “Volume di pre-titolazione”)
- in accordo con la modalità di misura ed il tipo di dosaggio, il titolatore inizierà a dispensare dosi di titolante fino a quando viene raggiunto il punto di fine titolazione o si verifica una condizione di arresto

6.1.2 Titolazione sospesa

Durante una titolazione, il processo può essere temporaneamente bloccato premendo <Sospendi>. Tutti i parametri della titolazione verranno congelati.

Per continuare la titolazione, premere <Riprendi>.

6.1.3 Grafico in tempo reale

Durante una titolazione, sia la curva potenziometrica ad S sia la curva della derivata selezionata (solo per titolazioni con individuazione del punto equivalente) possono essere visualizzate nella schermata “Curva titolazione”, premendo <Vedi curva>. Anche il codice ID del rapporto di titolazione viene visualizzato nella finestra del grafico.

La curva ad S e la curva della derivata vengono riscalate in tempo reale in modo da adattarsi alla finestra. Inoltre, quando una titolazione termina normalmente (punto di fine rilevato), il volume del punto di fine viene indicato nel grafico con una croce.

MODALITÀ TITOLAZIONE

Il grafico può mostrare dati diversi a seconda della modalità di fine titolazione.

Punto equivalente (pH): vengono visualizzate la curva dei valori di pH e della derivata selezionata vs. volume di titolante (Figura 1).

Punto equivalente (mV): vengono visualizzate la curva dei valori di potenziale (mV) e della derivata selezionata vs. volume di titolante (Figura 2)

Punto di fine fisso (pH): viene mostrata solo la curva del pH (Figura 3)

Punto di fine fisso (mV): viene mostrata solo la curva del potenziale in mV (Figura 4)

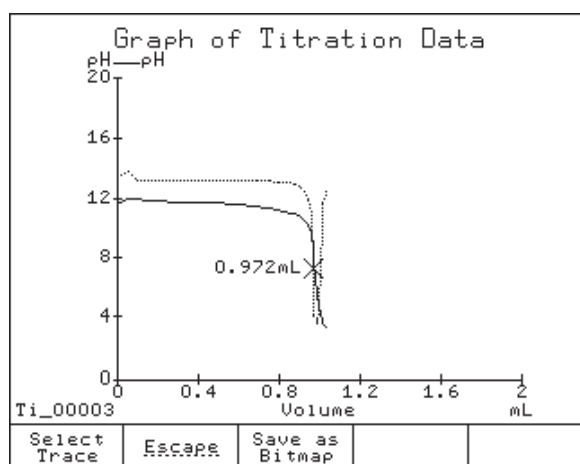



Figura 1

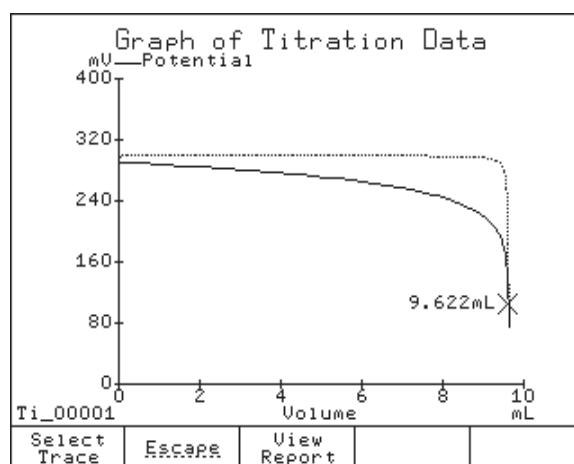



Figura 2

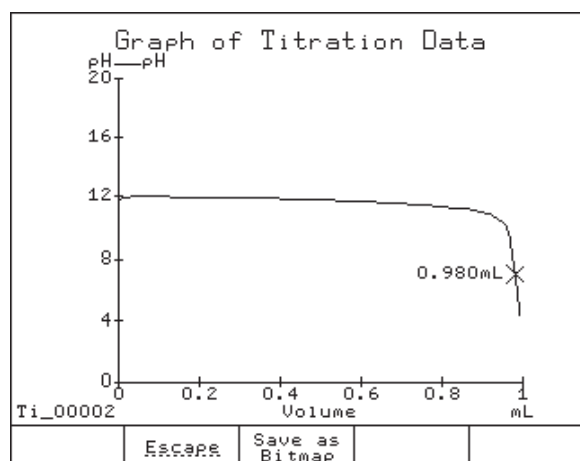



Figura 3

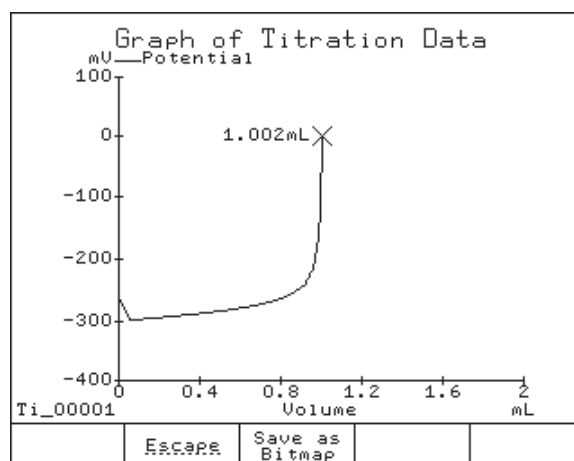



Figura 4

Il pulsante <Selez. traccia> permette di visualizzare sull'asse delle ordinate i valori in mV (o pH) o la derivata selezionata (di mV o pH); disponibile solo per le titolazioni con individuazione del punto equivalente.
Il pulsante <Salva come bitmap> permette di salvare il grafico come un file bitmap; disponibile solo a titolazione terminata (dopo la rilevazione del punto di fine).

6.2 Fine della titolazione

La titolazione può terminare in uno dei modi descritti qui di seguito.

- **Titolazione completata.** La titolazione è stata completata con successo, con individuazione del punto di fine. Questo è l'unico modo che fornisce risultati validi.
- **Terminata manualmente.** La titolazione è stata bloccata manualmente prima di raggiungere il punto di fine.
- **Limiti superati.** Il volume massimo di titolante pre-impostato è stato dosato senza raggiungere il punto di fine. La titolazione viene bloccata con un messaggio di errore.
- **Errore critico.** Si è verificato un errore critico e la titolazione è stata fermata. Questi errori sono solitamente legati al sistema di dosaggio. La titolazione viene bloccata con uno specifico messaggio di errore.
- **Potenziale fuori scala.** I valori misurati dall'elettrodo sono fuori dall'intervallo di potenziale pre-impostato. La titolazione viene bloccata con un messaggio di errore.

Capitolo 7. Indice

7 MODALITÀ pH / mV

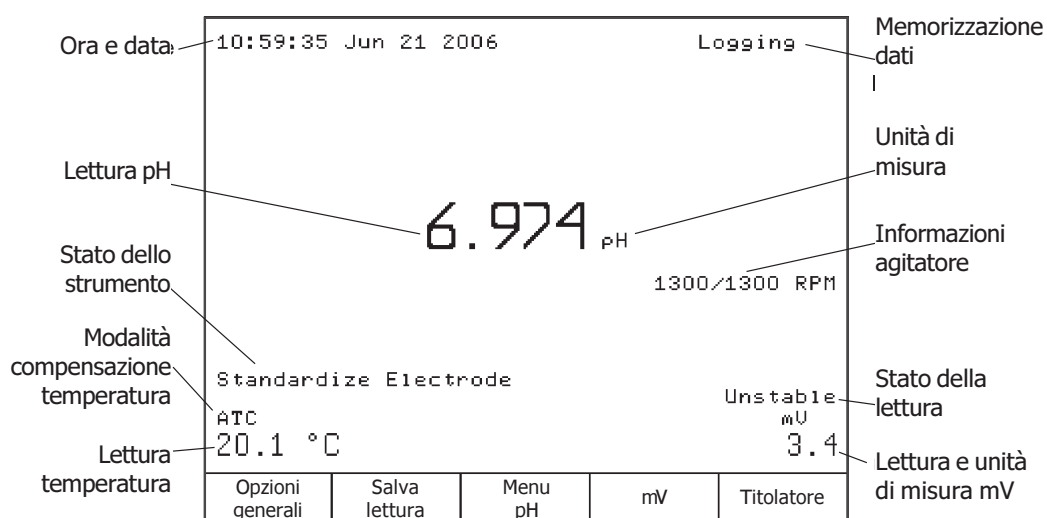
I titolatori HI 901 e HI 902 possono essere usati per registrare misure precise di pH e mV. Premendo <pH/mV> dalla schermata principale, il titolatore passerà alla schermata “pH” o “mV”, a seconda della modalità scelta per il punto di fine nella schermata “Vedi/modifica metodo”.

7.1 Modalità pH

7.1.1 Display

La schermata “pH” mostrata in figura vi aiuterà nella comprensione delle opzioni legate a questa modalità.

Ora e data
10:59:35 Jun 21 2006
Logging
Memorizzazione dati
Lettura pH
6.974 pH
Unità di misura
Stato dello strumento
1300/1300 RPM
Informazioni agitatore
Modalità compensazione temperatura
Standardize Electrode
Unstable
Stato della lettura
ATC
mV
Lettura temperatura
20.1 °C
3.4
Lettura e unità di misura mV

Opzioni generali	Salva lettura	Menu pH	mV	Titolatore

<u>Tasti opzionali in modalità pH</u>

<Opzioni generali> Entra nella schermata “Opzioni generali”; per maggiori dettagli, vedi capitolo 4.

<Salva lettura> Memorizza la lettura corrente di pH; vedi sezione 7.3.2 “Memorizzazione manuale”.

<Menu pH> Mostra le opzioni impostabili per il pH; vedi sezione 7.1.2 “Menu pH”.

<mV> Passa alla schermata “mV”.

<Titolatore> Torna alla schermata principale.

7.1.2 Menu pH

Le opzioni di questa schermata, a parte la "Risoluzione", si riferiscono alle funzioni di calibrazione dell'elettrodo pH.

```
pH Menu

Select a menu option.

Add a Buffer (Auto-Entry)
Add a Buffer (Manual-Entry)
Clear Standardization
Edit Buffer Set
Graph Standardization Data
pH Standardization Data:     0 buffers
Resolution

Select | Escape
```

7.1.2.1 Aggiungere un tampone (inserimento automatico)

Aggiungere un nuovo tampone (fino ad un massimo di 5) o sostituirne uno esistente dalla tabella di standardizzazione dell'elettrodo. Il tampone sarà ora nella lista di calibrazione, verrà riconosciuto automaticamente e compensato in temperatura (vedi sezione 7.1.2.4 "Modifica set tamponi").
Il titolatore accetta uno slope dell'elettrodo compreso tra 80 e 105%.

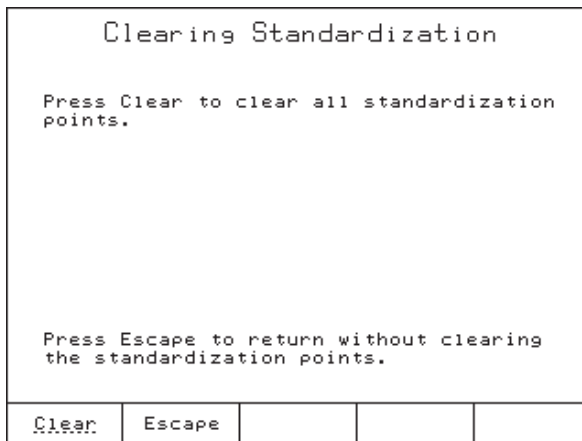
7.1.2.2 Aggiungere un tampone (inserimento manuale)

L'operatore può aggiungere un tampone personalizzato alla lista di calibrazione. Il titolatore chiederà il valore del tampone personalizzato, che dovrebbe tener conto della temperatura prevista. L'intervallo permesso va da –2.000 a 20.000 pH.
Il titolatore accetta uno slope dell'elettrodo compreso tra 80 e 105%.

```
Manual Buffer Entry

Enter the pH buffer value.

7.000 pH

Enter the buffer value for the current
temperature.

Accept | Escape | Delete Digit
```

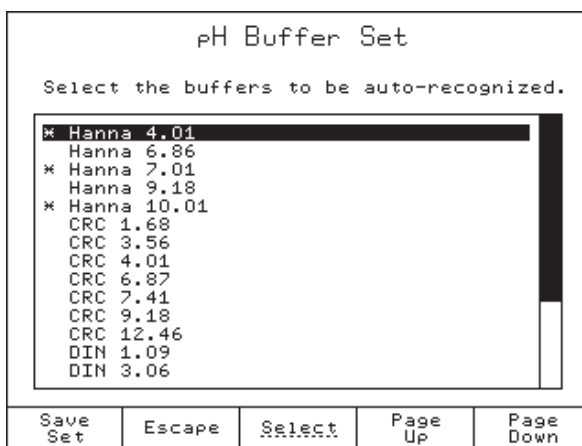
7.1.2.3 Cancellazione della standardizzazione

Cancella la standardizzazione dell'elettrodo. Il titolatore chiederà conferma.

```
Clearing Standardization

Press Clear to clear all standardization
points.

Press Escape to return without clearing
the standardization points.

| Clear | Escape | | | |
```

7.1.2.4 Modifica set tamponi

Crea un set di tamponi riconosciuti automaticamente. Il nuovo tampone standard per la calibrazione sarà verificato dai set descritti qui di seguito.
I tamponi disponibili includono:

Hanna:	pH 4.01, 6.86, 7.01, 9.18, 10.01
CRC:	pH 1.68, 3.56, 4.01, 6.87, 7.41, 9.18, 12.46
DIN:	pH 1.09, 3.06, 4.65, 6.79, 9.23, 12.75
NIST:	pH 4.01, 6.86, 9.18

```
pH Buffer Set

Select the buffers to be auto-recognized.

* Hanna 4.01
  Hanna 6.86
* Hanna 7.01
  Hanna 9.18
* Hanna 10.01
  CRC 1.68
  CRC 3.56
  CRC 4.01
  CRC 6.87
  CRC 7.41
  CRC 9.18
  CRC 12.46
  DIN 1.09
  DIN 3.06

| Save Set | Escape | Select | Page Up | Page Down |
```

Per scegliere un tampone dalla lista, evidenziarlo e quindi premere <Seleziona> per aggiungerlo ai set di tamponi. I tamponi selezionati sono contrassegnati da un asterisco.

Nota: *nonostante sia possibile scegliere una qualsiasi combinazione di tamponi, i valori devono differire tra loro di almeno 1.5 unità pH.*

7.1.2.5 Grafico dei dati di standardizzazione

Visualizza il grafico dei dati di standardizzazione (pH vs. mV).

7.1.2.6 Dati di standardizzazione pH

Visualizza i dati di standardizzazione dell'elettrodo pH in forma di tabella.

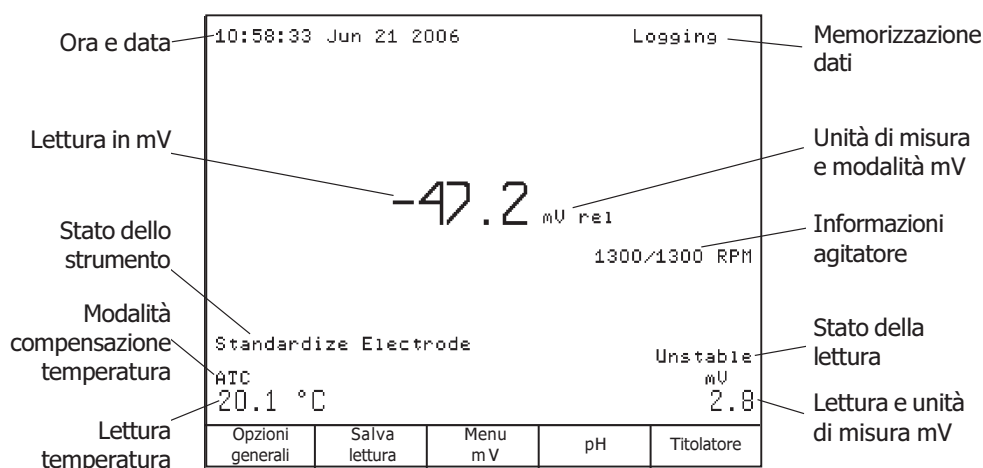
7.1.2.7 Risoluzione

Si può scegliere la risoluzione delle misure pH tra 0.1, 0.01 e 0.001.

7.2 Modalità mV

7.2.1 Display

La schermata "mV" mostrata in figura vi aiuterà nella comprensione delle opzioni legate a questa modalità.

Ora e data
10:58:33 Jun 21 2006
Logging
Memorizzazione dati
Lettura in mV
-47.2
mV rel
Unità di misura e modalità mV
1300/1300 RPM
Informazioni agitatore
Stato dello strumento
Standardize Electrode
Modalità compensazione temperatura
ATC
Unstable
Stato della lettura
mV
20.1 °C
2.8
Lettura e unità di misura mV
Lettura temperatura
Opzioni generali
Salva lettura
Menu mV
pH
Titolatore

Tasti opzionali in modalità mV

<Opzioni generali>	Entra nella schermata "Opzioni generali"; per maggiori dettagli, vedi capitolo 4.
<Salva lettura>	Memorizza la lettura corrente in mV; vedi sezione 7.3.2 "Memorizzazione manuale".
<Menu mV>	Mostra le opzioni impostabili per la scala mV; vedi 7.2.2 "Menu mV".
<pH>	Passa alla schermata "pH".
<Titolatore>	Torna alla schermata principale.

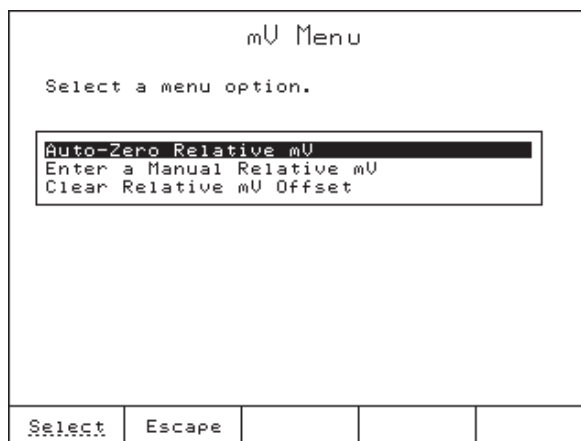
7.2.2 Menu mV

Premendo il tasto <Menu mV>, verrà visualizzata la schermata qui sotto.

mV Menu

Select a menu option.

Auto-Zero Relative mV
Enter a Manual Relative mV
Clear Relative mV Offset

Select	Escape			

7.2.2.1 Zero automatico per la scala mV relativi

Questa opzione imposta il potenziale relativo come zero, salvando il valore corrente e sottraendolo dalle letture successive.
Se è necessario uno zero assoluto, sostituire l'elettrodo con l'apposito cappuccio BNC in dotazione prima di procedere con questa operazione.

Nota: *lo zero automatico influisce sulla lettura in mV e quindi anche sul valore pH (il nuovo valore visualizzato per la lettura di mV relativi viene usato per calcolare il nuovo valore pH).*

7.2.2.2 Inserimento manuale mV relativi

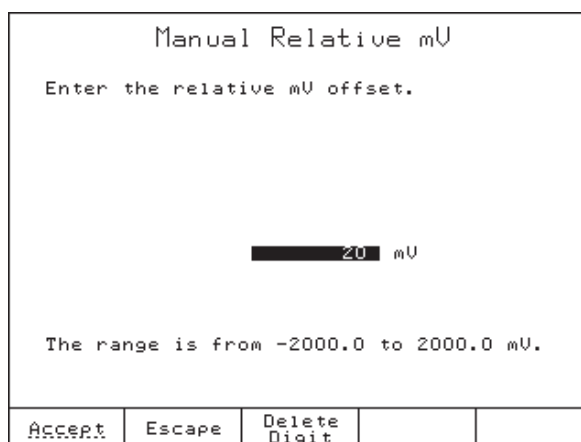
Questa opzione permette di inserire manualmente l'offset in mV. L'intervallo permesso va da –2000.0 a +2000.0 mV. Il valore impostato viene sottratto dalla lettura reale dell'elettrodo.
In questo caso le letture reali sono visualizzate nel campo delle letture in mV, con l'indicazione "rel" visibile vicino all'unità di misura.

Manual Relative mV

Enter the relative mV offset.

20 mV

The range is from -2000.0 to 2000.0 mV.

Accept	Escape	Delete Digit		

7.2.2.3 Cancellazione offset mV relativi

L’offset viene impostato a zero. Con questa opzione il precedente valore relativo o lo zero automatico vengono cancellati.

7.3 Memorizzazione

In modalità pH o mV, la memorizzazione dei dati può essere manuale o automatica.
Prima di iniziare un’operazione di memorizzazione, personalizzare il rapporto di registrazione delle misure pH e mV come segue:

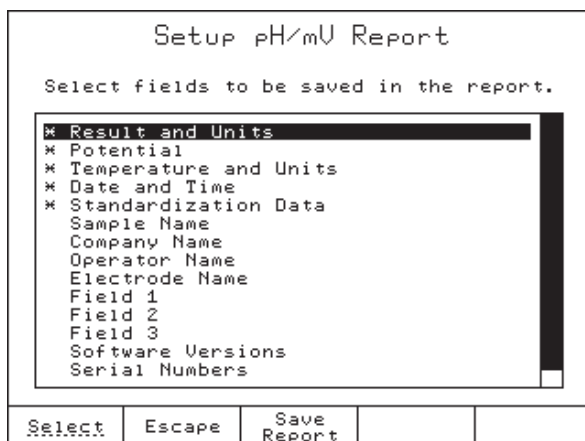
- Dalla schermata “pH” o “mV”, premere il pulsante “results” per visualizzare la schermata “Parametri dei dati”.
- Evidenziare l’opzione “Setup rapporto pH/mV” e premere <Seleziona> per visualizzare la schermata corrispondente.

Setup pH/mV Report

Select fields to be saved in the report.

* Result and Units
* Potential
* Temperature and Units
* Date and Time
* Standardization Data

Sample Name
Company Name
Operator Name
Electrode Name
Field 1
Field 2
Field 3
Software Versions
Serial Numbers

Select	Escape	Save Report		

- Usare i tasti freccia su e giù per evidenziare il tipo di dati che si vogliono includere o nascondere nel rapporto di registrazione pH/mV, quindi premere <Seleziona> per attivare o disattivare la selezione.
- Ogni opzione contrassegnata da un asterisco è selezionata per il rapporto.
- Premere <Salva rapporto> per salvare il rapporto con le impostazioni personalizzate.

7.3.1 Memorizzazione automatica

Per iniziare la memorizzazione automatica delle letture pH o mV, procedere come segue:

- Dalla schermata “pH” o “mV”, premere “results” per visualizzare la schermata “Parametri dei dati”.
- Evidenziare l’opzione “Intervallo registrazione - pH/mV” e premere <Seleziona> per visualizzare la corrispondente schermata.

Logging Interval

Enter the data logging interval.

0	0	0
hours	minutes	seconds

Press Next to move to the next entry.

Accept	Escape	Delete Digit	Next	Off

- Inserire il valore per l’intervallo di tempo tra due registrazioni successive. Tale valore può essere impostato nel seguente intervallo: ore da 0 a 8, minuti da 0 a 59, secondi da 0 a 59.
- Premere <Accetta> e quindi <Esci> per salvare l’impostazione e tornare alla schermata “pH” o “mV”.
- Premere “start/stop” per avviare la memorizzazione automatica.

L’intervallo di registrazione ed il nome del file di rapporto verranno visualizzati nella schermata “pH” o “mV”.
Per fermare la memorizzazione automatica, premere di nuovo il tasto “start/stop”.

7.3.2 Memorizzazione manuale

Per memorizzare manualmente le letture pH o mV, premere <Salva lettura> dalla schermata “pH” o “mV”.
Un nuovo dato verrà aggiunto al file di registrazione ogni volta che viene premuto il pulsante <Salva lettura>.

Capitolo 8. Indice

8 FUNZIONI AUSILIARIE

8.1 Buretta

Per accedere alla schermata “Buretta”, premere il pulsante <Buretta> dalla schermata principale. Quindi evidenziare l’opzione desiderata e premere <Seleziona>.

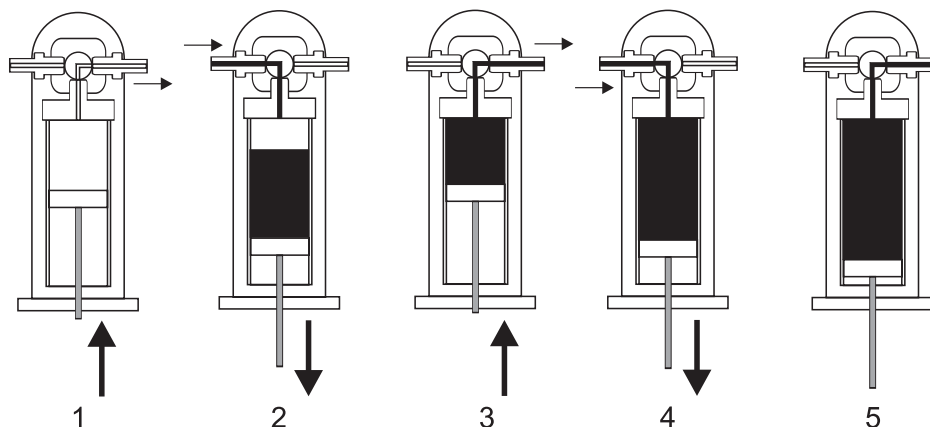
```
Burette

Select a menu option.

Prime Burette
Rinse Tip
Manual Dispense
Purge Burette

The current pump is: Pump 1
Current burette volume is 25 mL.

Select | Escape | Choose Pump
```

Il pulsante <Scegli pompa> è attivo solo se ci sono due pompe collegate e permette di scegliere la pompa che si desidera utilizzare per le operazioni di manutenzione della buretta.

```
Pump Setting

Select the current pump.

Pump 1
Pump 2

Select | Escape
```

8.1.1 Carica buretta

L'opzione "Carica buretta" viene usata per riempire fisicamente la buretta prima di iniziare un'analisi.
La figura qui sotto mostra due cicli di risciacquo. Il tubo di dosaggio è collegato sul lato destro e quello di aspirazione sul lato sinistro.

1 2 3 4 5

Nota: *prima di iniziare questa operazione, verificare che il tubo di aspirazione sia inserito nella bottiglia di titolante.*

Per caricare la buretta, scegliere l'opzione "Carica buretta" dalla schermata "Buretta", inserire il numero di risciacqui e premere <Accetta>.

Total Burette Rinses

Enter the total number of burette rinses.

3

A minimum of three rinses is recommended.

Accept	Escape	Delete Digit		

Il numero di risciacqui può essere impostato tra 1 e 5. Si consiglia di eseguire almeno 3 risciacqui per eliminare completamente eventuali bolle d'aria vengano.

8.1.2 Risciacqua punta

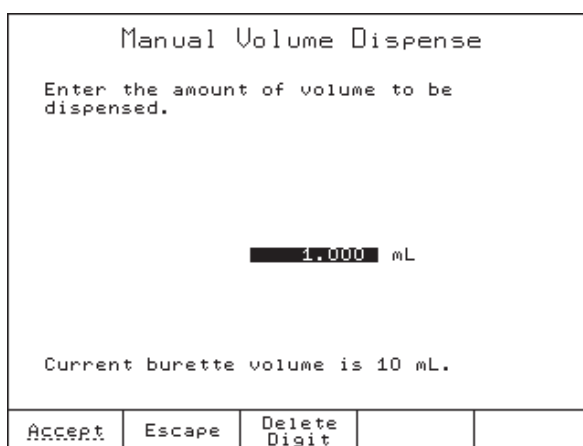
Quando viene avviata questa operazione, viene dispensata una dose di 2 ml di titolante. Questa operazione serve anche ad eliminare l'aria dal puntale di dosaggio.

8.1.3 Dosaggio manuale

Con questa opzione, viene dosato un volume definito di titolante. Evidenziare l'opzione "Dosaggio manuale" e premere <Seleziona>. Verrà visualizzata la schermata "Dosaggio volume manuale" e lo strumento chiederà di inserire il volume che si desidera dosare.

I limiti entro cui deve essere impostato tale volume sono:

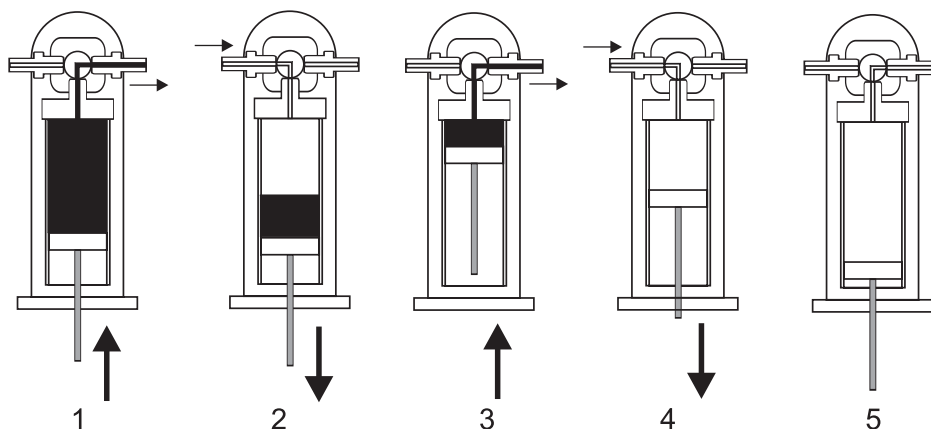
da 0.001 a 4.500 ml per burette da 5 ml
da 0.001 a 9.000 ml per burette da 10 ml
da 0.005 a 22.500 ml per burette da 25 ml

```
Manual Volume Dispense

Enter the amount of volume to be
dispensed.

1.000 mL

Current burette volume is 10 mL.

Accept | Escape | Delete Digit
```

8.1.4 Svuota buretta

Questa opzione permette lo svuotamento del titolante prima di pulire o riporre la buretta. La buretta viene sciacquata due volte.

Nota: *prima di iniziare questa operazione, togliere il tubo di aspirazione dalla bottiglia del titolante.*

La figura qui sotto mostra le fasi dell'operazione di svuotamento della buretta.

1 2 3 4 5

8.2 Agitatore

L’agitatore può essere avviato e fermato premendo il tasto “stir”.
La velocità di agitazione viene impostata all’interno dei metodi (vedi sezione 5.5.17 “Velocità di agitazione” per maggiori dettagli).
Durante un processo, la velocità di agitazione può anche essere regolata manualmente usando i tasti freccia su e giù.

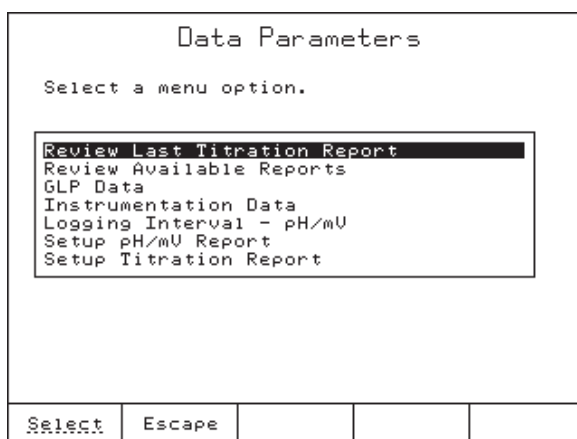
8.3 Risultati

La schermata “Parametri dei dati” contiene opzioni che riguardano i parametri dei dati relativi al titolatore, come mostrato nella figura qui sotto.

Data Parameters

Select a menu option.

Review Last Titration Report
Review Available Reports
GLP Data
Instrumentation Data
Logging Interval - pH/mV
Setup pH/mV Report
Setup Titration Report

Select | Escape

8.3.1 Vedi rapporto dell’ultima titolazione

Scegliendo questa opzione, è possibile visualizzare i dati dell’ultima titolazione.
Il file del rapporto dell’ultima titolazione può essere visualizzato o stampato. Anche il grafico della titolazione può essere visualizzato premendo il pulsante <Vedi grafico>.

Le informazioni che vengono fornite nel rapporto di titolazioni dipendono dalle impostazioni scelte nella schermata “Setup rapporto titolazione”.

Sono disponibili i seguenti pulsanti:

<Vedi grafico> permette di vedere il grafico dell’ultima titolazione eseguita, ovvero la curva pH (o mV) verso volume di titolante. Inoltre, se era stata selezionata l’opzione “Punto equivalente”, vengono visualizzate contemporaneamente le curve pH (o mV) e della derivata selezionata (prima o seconda) verso volume di titolante. Premendo <Seleziona traccia> verrà cambiata la scala dell’asse delle ordinate.

<Stampa rapporto> permette di stampare il rapporto con la stampante esterna.

```
Review Result

Titration Report
Method Name:        Titr. Conc. 0.1N NaOH
Time & Date:           14:48 Jun 20, 2006
Titration ID:                    Ti_00003

Titration Results
Method Name:        Titr. Conc. 0.1N NaOH
Time & Date:           14:48 Jun 20, 2006
Analyte Size:                     4.000 g
Titration Duration:          0:34 [mm:ss]
Titration was Manually Terminated
Operator Name:

View Graph | Escape | Print Report | Page Up | Page Down
```

8.3.2 Vedi rapporti disponibili

È possibile memorizzare nel titolatore fino a 100 rapporti. Per vedere uno dei rapporti registrati, evidenziarlo e quindi premere <Vedi rapporto>.

```
Available Reports

Highlight a report and press View Report
to see the detailed data.

Alkalinity of Water             ID:Ti_00006
Titration Report    14:50 Jun 20, 2006
pH/mV logging                  ID:mVr00005
Rel mV Report       14:50 Jun 20, 2006
pH/mV logging                  ID:pH_00004
pH Report           14:50 Jun 20, 2006
Titr. Conc. 0.1N NaOH          ID:Ti_00003
Titration Report    14:48 Jun 20, 2006
Titr. Conc. 0.1N NaOH          ID:Ti_00002
Titration Report    14:48 Jun 20, 2006
copy of Titr. Conc. 0.1N       ID:Ti_00001
Titration Report    13:30 Jun 14, 2006

View Graph | Escape | View Report | Print Report | Delete Report
```

Tutti i rapporti memorizzati nel titolatore possono essere visualizzati e stampati.

Ogni rapporto contiene solo le informazioni selezionate nelle schermate "Setup rapporto titolazione" e "Setup rapporto pH/mV" in fase di configurazione del rapporto.

I pulsanti disponibili sono gli stessi della sezione precedente, con l'aggiunta di <Cancella rapporto> che permette di cancellare il rapporto selezionato.

8.3.3 Dati GLP

Inserire fino a 20 caratteri alfanumerici per ogni opzione della schermata “Dati GLP”.

```
GLP Data

Select a menu option.

Sample Name:
Company Name:
Operator Name:
Electrode Name:
Field 1:
Field 2:
Field 3:

Select | Escape
```

Nome campione nome del campione da registrare in ogni rapporto. Se l’ultimo carattere del nome è un numero, verrà aumentato di uno ad ogni rapporto di titolazione o di memorizzazione.

Nome ditta nome della ditta da registrare in ogni rapporto.

Nome operatore nome dell’operatore da registrare in ogni rapporto.

Nome elettrodo nome dell’elettrodo da registrare in ogni rapporto.

Campi 1, 2, 3 informazioni aggiuntive da registrare in ogni rapporto.

I campi che devono essere presenti nel rapporto di titolazione devono essere selezionati nella schermata “Setup rapporto titolazione” (vedi sezione 8.3.7).

8.3.4 Dati dello strumento

Visualizza i dati di configurazione del titolatore.

```
        Instrumentation Data
            HI902 Titrator

 SERIAL NUMBER
Titrator Serial Number:          02052109
Analog Board 1 Serial Number:    30052109
Pump 1 Serial Number:            70052504

 SOFTWARE VERSION
Titrator Software Version:           v1.6
Base Board Software Version:         v1.3
Pump 1 Software Version:             v1.4

Analog 1 Calibration Date:   Jun 09, 2006

        | Escape | Print |        |
```

Numero serie titolatore è il numero di serie della scheda base del titolatore.

Numero serie scheda analogica 1 è il numero di serie della scheda analogica 1 del titolatore.

Numero serie pompa 1 (e/o 2) è il numero di serie di ogni pompa collegata.

Versione software titolatore è la versione del software attualmente installato nel titolatore.

Versione software scheda base è la versione del software attualmente presente nella scheda base del titolatore.

Versione software pompa 1 (e/o 2) è l'attuale versione software delle pompe.

Data calibrazione scheda analogica 1 indica la data della calibrazione di fabbrica della scheda analogica 1.

Nota: *se è trascorso più di un anno dalla calibrazione della scheda analogica 1, un messaggio di avviso apparirà sulla schermata principale per ricordare all'operatore che è necessario far ricalibrare la scheda.*

8.3.5 Intervallo di registrazione – pH/mV

Questo parametro permette all'utente di impostare un intervallo di tempo per la memorizzazione automatica, in modalità pH o mV (vedi sezione 7.3 "Memorizzazione").

8.3.6 Imposta rapporto pH/mV

Serve ad impostare un rapporto personalizzato per la registrazione delle misure pH e mV.

```
Setup pH/mV Report

Select fields to be saved in the report.

* Result and Units
* Potential
* Temperature and Units
* Date and Time
* Standardization Data
  Sample Name
  Company Name
  Operator Name
  Electrode Name
  Field 1
  Field 2
  Field 3
  Software Versions
  Serial Numbers

Select | Escape | Save Report | |
```

8.3.7 Imposta rapporto di titolazione

Serve ad impostare un rapporto personalizzato per la registrazione dei risultati della titolazione. Un asterisco contrassegna i dati che verranno inclusi nel rapporto di titolazione.

```
Setup Titration Report

Select fields to be saved in the report.

* Result and Units
* Titration Method
* Initial and Final Readings
* Analyte Size
* End Point Volume
* Titration Duration
* Date and Time
* Titration Ended By
  All Data Points
  Method Parameters
  Standardization Data
  Sample Name
  Company Name
  Operator Name

Select | Escape | Save Report | Page Up | Page Down
```

Capitolo 9. Indice

9 MANUTENZIONE, PERIFERICHE

9.1 Manutenzione della buretta

La buretta in dotazione viene fornita con una siringa interna da 25 ml e con tutte le parti già montate (vedi sezione 2.1 "Esame preliminare" per maggiori dettagli).

Nota: *il tubo di dosaggio ha un'estremità piatta e l'altra equipaggiata con un puntale di dosaggio (vedi sezione 2.1 "Esame preliminare" per la lista degli accessori).*

9.1.1 Cambio buretta

Togliere la buretta dall'assemblaggio pompa sfilandola verso l'esterno e quindi infilare la nuova buretta al suo posto (vedi anche figura qui sotto).

9.1.2 Pulizia della buretta

Per pulire la buretta, procedere come segue:

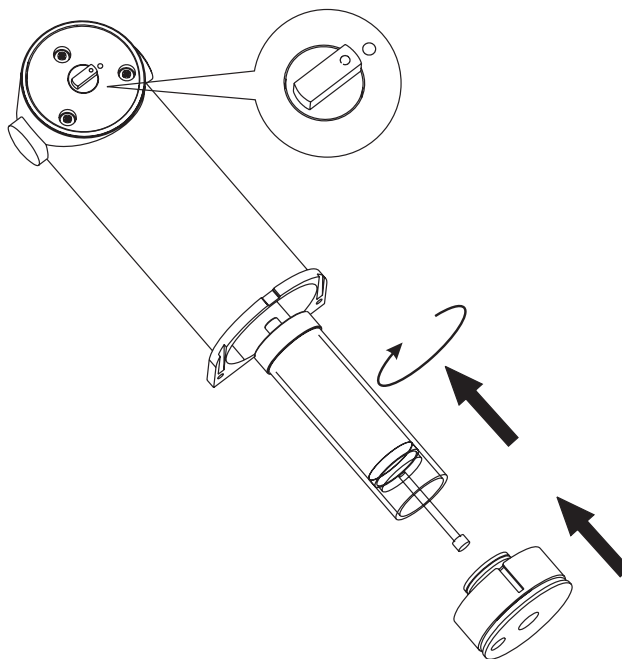
- Se la buretta è piena di liquido, togliere il tubo di aspirazione dalla bottiglia di titolante ed eseguire l'operazione "Svuota buretta" (vedi seziona 8.1.4 "Svuotamento della buretta").
- Inserire il tubo di aspirazione in una soluzione di pulizia o in acqua deionizzata oppure in un solvente del titolante, a seconda della natura chimica del titolante e del successivo uso della buretta. Se si vuole eseguire subito una titolazione, usare un solvente del titolante per pulire i tubi.
- Eseguire l'operazione "Carica buretta" per riempire la buretta, usando 2 risciacqui (vedi sezione 8.1.1 "Carica buretta").
- Durante il secondo riempimento, togliere il tubo di aspirazione dal beaker del solvente in modo da "riempire" la buretta di aria. Questa operazione serve a pulire il tubo di aspirazione.

Se questa semplice procedura di pulizia non risulta adeguata, continuare come segue:

- Rimuovere la buretta dall'assemblaggio pompa.
- Staccare i tubi usando l'apposito utensile in dotazione.
- Pulirli separatamente o sostituirli con tubi nuovi.
- Togliere il tappo di protezione dal fondo della buretta usando l'apposito utensile in dotazione.
- Togliere lo schermo protettivo in plastica.
- Tirar fuori la siringa svitandola con le dita (non far pressione sul pistone).
- Estrarre il pistone dalla siringa.
- Pulire pistone e siringa con appropriati solventi, quindi con alcool etilico ed infine sciacquarli molte volte con acqua deionizzata, solvente del titolante o titolante.
- Eliminare il liquido in eccesso.

Attenzione! *Non toccare il titolante a mani nude.*
Evitare di sporcare con il titolante la postazione di lavoro.
Eliminare sostanze chimiche aggressive dall'esterno di siringa e pistone.
Non toccare la parte in PTFE del pistone o le pareti interne della buretta a mani nude o con sostanze grasse.

- Inserire il pistone nella siringa.
- Inserire la siringa avvitandola nella valvola con le dita.
- Riposizionare il tappo protettivo sul fondo della buretta, prestando molta attenzione.

- Infilare la buretta nell'alloggiamento sull'assemblaggio pompa, controllando che il pistone sia correttamente posizionato in modo da entrare nell'apposito aggancio.
- Si consiglia di eseguire un risciacquo finale con titolante prima di una nuova titolazione.

9.1.3 Preparazione della buretta (riempimento con titolante)

Prima di iniziare una titolazione, la buretta deve essere correttamente riempita con il titolante, in modo da ottenere un risultato affidabile e ripetibile. Per riempire la buretta, attenersi alle istruzioni e consigli:

- Se necessario, pulire la buretta ed assicurarsi che sia vuota.
- Dalla schermata principale, premere il tasto <Buretta>.
- Evidenziare l'opzione "Carica buretta" e premere <Seleziona>.
- Inserire il numero di risciacqui desiderati (si consiglia un minimo di 3 risciacqui per eliminare le bolle d'aria).
- Premere <Accetta>.
- Inserire il tubo di aspirazione nella bottiglia di titolante solo quando il pistone sta andando verso il basso ed è a circa 1/4 dalla sommità.

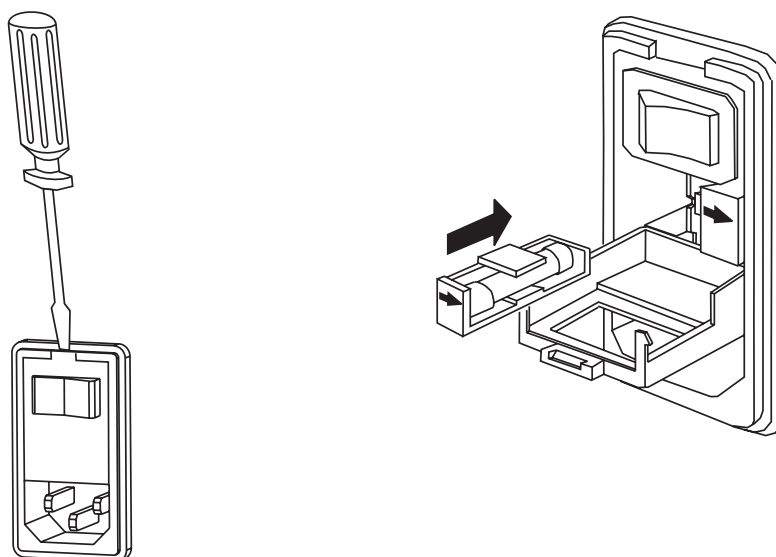
Per evitare la presenza di bolle d'aria nella buretta, al primo movimento di riempimento, assicurarsi di avere un flusso continuo di liquido nella buretta ed una piccola zona d'aria subito sopra il livello del liquido. Il successivo movimento verso l'alto farà uscire tutta l'aria, in modo tale da eliminarla completamente anche dalla valvola.
A volte durante il processo di caricamento della buretta, un leggero picchiettio delle dita sui tubi può aiutare a far uscire le bolle d'aria.

Se sono ancora presenti bolle d'aria:

- Tirar fuori il tubo di aspirazione dalla bottiglia di titolante.
- Ripetere la procedura di preparazione della buretta.
- Se anche questo non funziona, pulire di nuovo la buretta.

9.2 Sostituzione dei fusibili

Per sostituire i fusibili, procedere come segue:

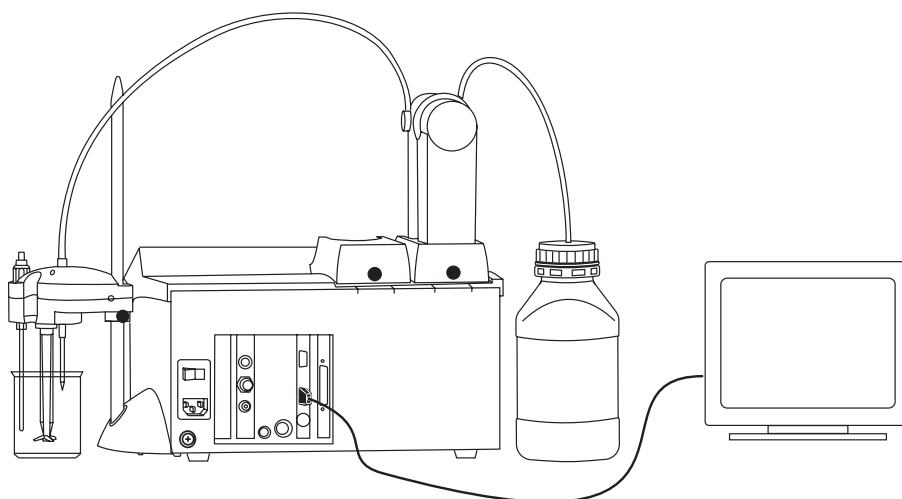
- Spegnere il titolatore.
- Staccare il cavo di alimentazione dalla presa sul retro del titolatore.
- Aprire il coperchio dei porta-fusibili usando un cacciavite.
- Estrarre i porta-fusibili.
- Sostituire i fusibili controllando sull'etichetta vicino all'interruttore principale quale tipo di fusibili usare.
- Chiudere il coperchio dei porta-fusibili.
- Collegare il cavo di alimentazione.

Nota: *per altre operazioni di manutenzione, contattate il servizio di assistenza HANNA.*

9.3 Periferiche

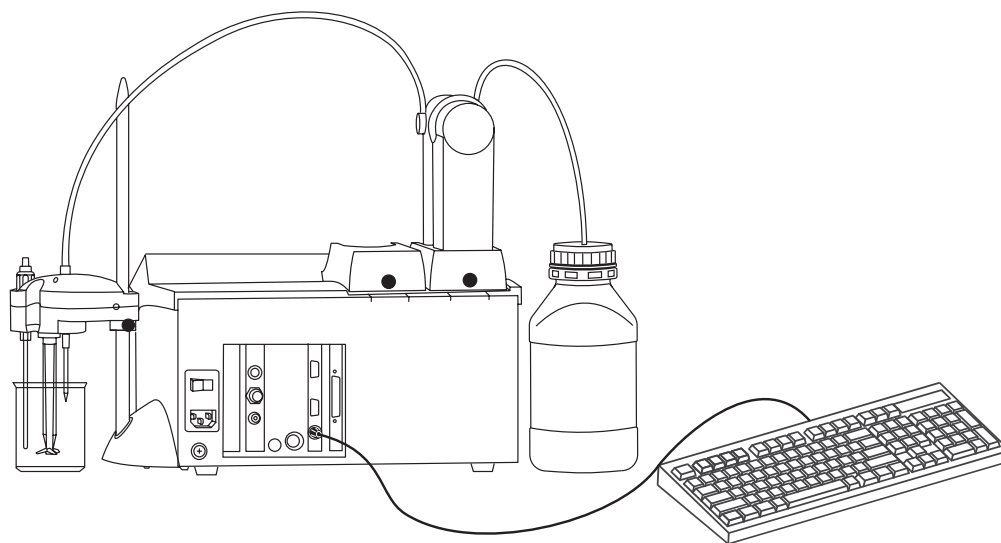
Attenzione! *La connessione o disconnessione di CAVO DI ALIMENTAZIONE, ASSEMBLAGGIO POMPA, DISPLAY ESTERNO, TASTIERA PC, STAMPANTE, INTERFACCIA RS232, ALTRE ESPANSIONI (future), deve avvenire solo quando il titolatore e gli apparecchi esterni sono spenti.*

9.3.1 Connessione di un display esterno

Le informazioni visualizzate sul display del titolatore possono essere viste anche su un display VGA standard collegato con un cavo a 15 poli.

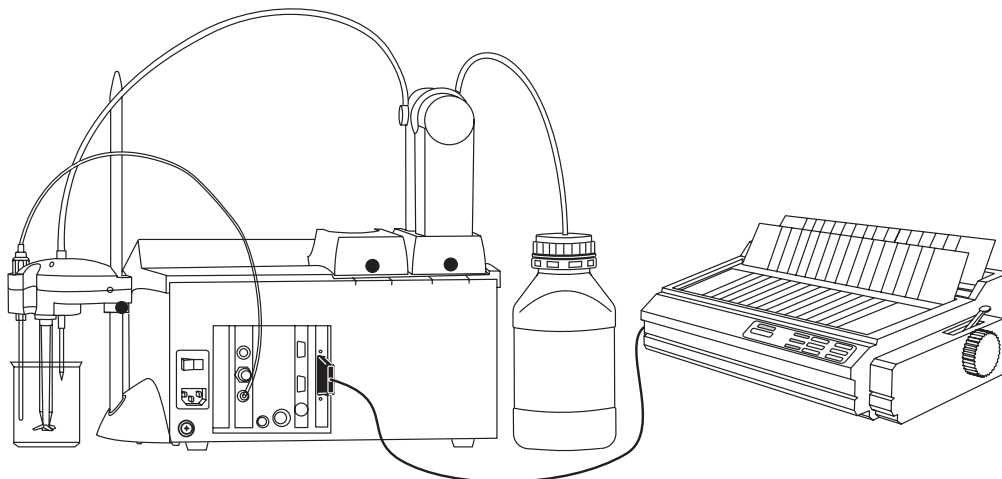
Collegare il display esterno all'apposito connettore sul retro del titolatore. Accendere il titolatore e quindi il display esterno.

9.3.2 Connessione di una tastiera PC

Questa connessione permette di utilizzare una tastiera PC esterna in aggiunta ai pulsanti del titolatore.

Collegare una tastiera PC esterna dotata di cavo con connettore mini DIN a 6 poli.

Le corrispondenze tra i tasti del titolatore ed una tastiera esterna americana tipo 101 sono riportate nella tabella qui sotto:

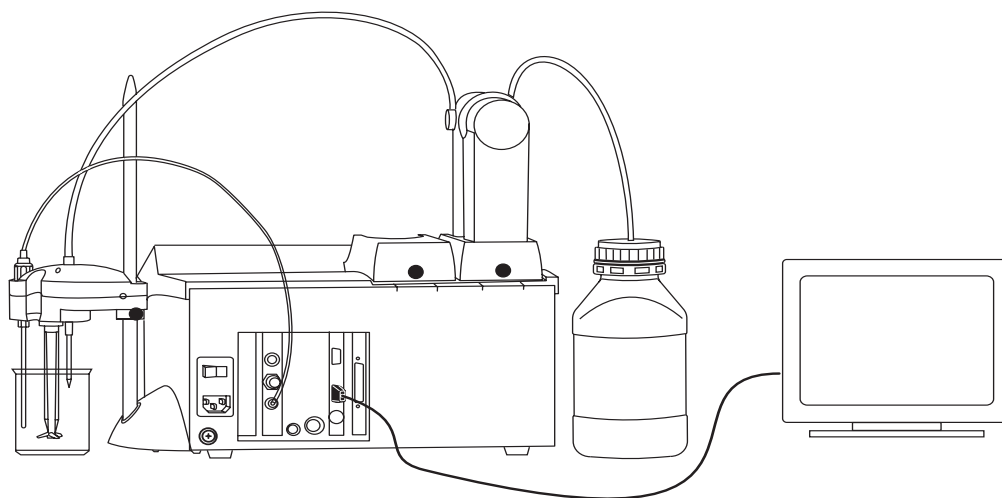
Tastiera PC esterna (United States 101)	**Tasti del titolatore**
Tasto F1	?
Tasto F2	stir
Tasto F3	results
Tasto F4	device
Tasto F5	Tasto virtuale 1 (da sinistra a destra)
Tasto F6	Tasto virtuale 2 (da sinistra a destra)
Tasto F7	Tasto virtuale 3 (da sinistra a destra)
Tasto F8	Tasto virtuale 4 (da sinistra a destra)
Tasto F9	Tasto virtuale 5 (da sinistra a destra)
Tasto F10	start/ stop
Tasto freccia in su	△
Tasto freccia in giù	▽
Tasto freccia a sinistra	◁
Tasto freccia a destra	▷
Tasto "Page Up"	Page Up
Tasto "Page Down"	Page Down
Tasti numerici da 0 a 9	da 0 a 9
Tasto "Tab"	Tab
Tasto "Enter"	enter, enter
Tasti alfanumerici	Finestre di inserimento alfanumerico

9.3.3 Connessione di una stampante

È possibile collegare una grande varietà di stampanti alla porta parallela del titolatore, usando un cavo standard DB25.

Attenzione! *Spegnere titolatore e stampante esterna attraverso l'interruttore principale prima di eseguire il collegamento.*

Collegare la stampante esterna alla presa standard a 25 poli sul retro del titolatore, quindi accendere titolatore e stampante.

9.3.4 Connessione ad un computer

Per collegare il titolatore ad un computer usare il cavo seriale in dotazione. È necessario che nel PC sia installato il software HI 900900.

Attenzione! *Spegnere titolatore e PC attraverso l'interruttore principale prima di eseguire il collegamento.*

Collegare il cavo seriale alla presa standard DB a 9 poli sul retro del titolatore e alla porta seriale del PC, quindi accendere prima il titolatore e poi il computer.

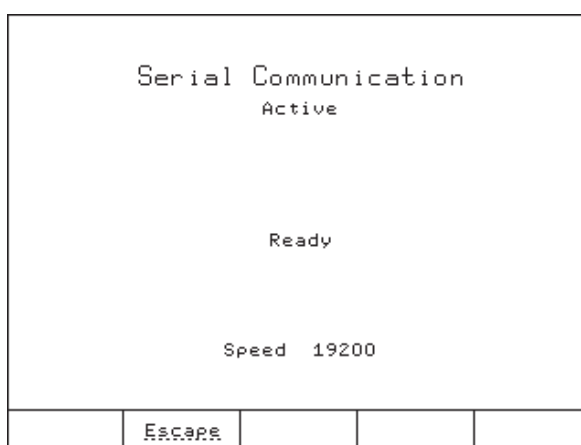
Selezionare la schermata "Comunicazione seriale" sul titolatore, seguendo il percorso "Opzioni generali - Comunicazione con PC - Comunicazione seriale".

Lanciare il programma HI 900900 e selezionare l'appropriata porta seriale nel PC. Il software HI 900900 permette di trasferire varie informazioni tra titolatore e PC.

Serial Communication
Active

Ready

Speed 19200

	Escape			

Appendice 1. Indice

A1 SPECIFICHE TECNICHE

mV	Scala	da -2000.0 a 2000.0 mV
	Precisione	±0.1 mV
	Risoluzione	0.1 mV
pH	Scala	da -2.000 a 20.000 pH
	Precisione	±0.001 pH
	Risoluzione	0.1 / 0.01 / 0.001 pH
Temperatura	Scala	da -5.0 a 105.0 °C da 23.0 a 221.0 °F da 268.2 a 378.2 K
	Precisione	±0.1 °C
	Risoluzione	0.1 °C
Precisione dosaggio		0.1% del volume nominale della buretta
Risoluzione del display		0.001 ml
Dimensioni burette		5 ml (precisione ±5 µl) 10 ml (precisione ±10 µl) 25 ml (precisione ±25 µl)
Display	Display LCD grafico da 7.5”, in bianco e nero, retroilluminato	
Lingue	Inglese, Italiano, Portoghese, Spagnolo	
Metodi	fino a 10000 (standard e definiti dall’utente)	

Riconoscimento automatico della buretta e burette intercambiabili.
Il titolatore rileva automaticamente le dimensioni della buretta che viene infilata nell’assemblaggio pompa.

Agitatore ad elica, velocità di agitazione programmabile.
Da 100 a 2500 RPM, mantenuta automaticamente con una tolleranza di 100 RPM.

Velocità di flusso. Selezionabile dall’operatore (vedi sezione 5.5.22 per gli intervalli di impostazione permessi).

Misure dirette di pH e mV.

Misure di pH automaticamente compensate in temperatura.

Calibrazione pH fino a 5 punti usando l’opzione “Inserimento automatico” o “Inserimento manuale”; i tamponi compensati in temperatura sono memorizzati per l’opzione “Inserimento automatico.

APPENDICE 1

Titolazioni potenziometriche: acido-base (modalità pH o mV), redox, di precipitazione, complessometriche, non acquose, iono-selettive, argentometriche.

Determinazione del titolo.

Rilevazione del punto di fine in pH o mV.

Rilevazione del punto equivalente (singolo) con calcolo della derivata prima o seconda della curva di titolazione.

Rilevazione di punti equivalenti multipli (solo HI 902)

Calcoli flessibili della concentrazione, con molte unità di misura.

Visualizzazione di grafici durante una titolazione, grafici di dati memorizzati (curva di titolazione mV-Volume o pH-Volume curve della derivata prima o seconda, modalità pH o mV) e di risultati della registrazione dati pH/mV vs. tempo.

Memoria dati: fino a 100 rapporti di titolazione completi e rapporti completi di registrazione dati pH/mV.

Copia di file su e da floppy disk: i file dei metodi standard, dei metodi definiti dall'operatore, dei rapporti di titolazione o registrazione valori pH/mV, i file Bitmap dei grafici possono essere trasferiti su e da un dischetto usando il drive per floppy disk da 3.5" del titolatore.

Periferiche, possibilità di connessione: display VGA esterno, tastiera PC, stampante, porta RS232.

Conformità GLP: capacità di memorizzare dati GLP (Good Laboratory Practice) e riguardanti lo strumento.

Alimentazione: 230 Vac; 50 Hz

Assorbimento potenza: 1.3 A

Fusibili, 2 sostituibili.

Materiale di costruzione: policarbonato e acciaio

Materiale tastiera: policarbonato

Dimensioni: Larghezza x Profondità x Altezza = 390 x 350 x 380 mm

Peso: circa 10 kg (con una pompa, agitatore e sonde)

Condizioni di lavoro: da 10 a 40 °C, U.R. max 95%

Condizioni di stoccaggio: da -20 a 70 °C, U.R. max 95%

Appendice 2. Indice

A2 TITOLAZIONI DI RITORNO (solo per HI 902)

A2.1 Applicabilità

Le titolazioni di ritorno sono generalmente utilizzate per i seguenti motivi:

- cinetiche di reazione troppo lente per titolare direttamente l'analita
- precipitazione di metalli al pH desiderato (titolazioni complessometriche)
- reazione tra titolante ed analita con produzione di composti secondari (per es. CO_2) che possono interferire con le misure di potenziale e quindi con la determinazione del punto equivalente
- analita difficilmente solubile nel solvente utilizzato
- titolazioni con curve della derivata prima troppo piatte

A2.2 Principi del metodo

In una titolazione di ritorno viene aggiunto alla soluzione in esame un eccesso di reagente (titolante 1) in modo da forzare la completa reazione dell'analita. L'eccesso di reagente non impiegato nella reazione viene quindi titolato. La differenza tra la quantità totale di reagente aggiunto alla soluzione e quello determinato con la titolazione finale è la quantità di reagente richiesto per portare a completezza la reazione con il composto da analizzare. Da questa quantità si calcolerà la concentrazione del campione.
La titolazione di ritorno può essere di tipo acido-base, complessometrico, redox, ecc.

A2.3 Esempio di titolazione di ritorno

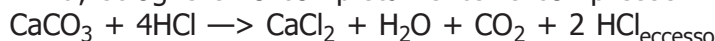
Un esempio di titolazione di ritorno può essere la determinazione della capacità neutralizzante di un anti-acido.

A2.3.1 Introduzione

Un eccesso di acidità nello stomaco (soprattutto di HCl) provoca bruciori e problemi di digestione. Gli anti-acidi in commercio sono composti da una varietà di sostanze, come leganti e aromi, ma l'ingrediente attivo è un sale alcalino, come per esempio $Mg(OH)_2$ (latte di magnesia), $NaHCO_3$ (bicarbonato di sodio), $CaCO_3$ (carbonato di calcio) o $Al(OH)_3$ (idrossido di alluminio), in grado di neutralizzare l'acido. In questo esperimento analizzeremo un tipico anti-acido contenente $CaCO_3$, che reagisce con un acido per formare un sale, acqua e anidride carbonica (gas):

$$CaCO_3 + 2HCl \longrightarrow CaCl_2 + H_2O + CO_2$$

Una titolazione acido-base convenzionale è molto difficoltosa in quanto l'ingrediente attivo è poco solubile in acqua e il gas sviluppato (CO_2) influenza pesantemente le misure di pH.

Per superare questi limiti, scioglieremo completamente le compresse in un eccesso di acido: $CaCO_3 + 4HCl \longrightarrow CaCl_2 + H_2O + CO_2 + 2\ HCl_{eccesso}$

e titoleremo quindi l'acido che rimane in soluzione con NaOH, per determinare la quantità di $CaCO_3$ presente.

2 HCleccesso + 2 NaOH —> 2 NaCl + 2 H2O

Per ottenere un valore accurato di concentrazione dell'anti-acido, è necessario standardizzare i titolanti da utilizzare (NaOH e HCl), in modo da conoscerne l'esatto titolo.

La concentrazione finale di $CaCO_3$ viene espressa in mg/g.

A1.3.2 Impostazione dei parametri del metodo

Usare i seguenti parametri per programmare il metodo (vedi sezione *5.5 Opzioni metodo*):

```
Nome:                          Potere anti-acido
Revisione metodo:                            1.0
Tipo titolazione:      Titolazione di ritorno
   Pausa al cambio titolante:                 Sì
Configurazione pompa:
   Pompa titolante 1:                    Pompa 1
   Pompa titolante 2:                    Pompa 2
Tipo dosaggio:                          Dinamico
   Vol min:                             0.010 ml
   Vol max:                             0.500 ml
   delta E:                             4.500 ml
Modalità punto di fine:    pH PE 1, Der prima
Opzioni riconoscimento:
   Soglia:                            500 mV/ml
   Intervallo:                                No
   Derivate filtrate:                         No
Volume pre-titolazione:                 0.000 ml
Tempo pre-agitazione:                      5 sec
Modalità di misura:          Stabilità segnale
   delta E:                               0.3 mV
   delta t:                              1.5 sec
   t min attesa:                           5 sec
   t max attesa:                          15 sec
Tipo elettrodo:                               pH
Calcoli:           Campione calcolato per peso
   Unità titolante 1                 M (mol/l)
   Unità titolante 2                 M (mol/l)
   Unità risultato finale                  mg/g
Nome titolante 1:                            HCl
Conc. titolante 1:                 1 M (mol/l)
Nome titolante 2:                           NaOH
Conc. titolante 2:                 1 M (mol/l)
Quantità analita:                          0.5 g
Inserimento analita:                     Manuale
Inserimeto titolante 1:                Calcolato
Volume max titolante 2:                25.000 ml
```

```
Velocità agitazione:                1500 RPM
Intervallo potenziale: -2000.0 a 2000.0 mV
Velocità flusso:                 30.0 ml/min
Media segnale:                     1 lettura
Formato risultato finale:              X.XXX
```

Per iniziare l'analisi è necessario riempire entrambe le burette in questo modo:

- Pompa 1 con buretta riempita di HCl 1 M (mol/l).
- Pompa 2 con buretta riempita di NaOH 1 M (mol/l).

A2.3.3 Preparazione del campione

Per questa analisi si possono utilizzare comuni pillole di anti-acido in commercio.

- Pestare alcune pillole in un mortaio e pesare circa 0.5 mg della polvere ottenuta.
- Versare circa 20 ml di acqua distillata e deionizzata in un beaker da 150 ml, quindi aggiungere la polvere da analizzare.
- Posizionare il beaker sotto al corpo dell'agitatore.
- Regolare l'altezza dell'agitatore usando l'apposito collare di posizionamento, in modo che l'elica dell'agitatore sia il più vicino possibile al fondo del beaker.
- Aggiungere acqua distillata per regolare il livello della soluzione in modo che il bulbo dell'elettrodo pH sia completamente immerso nel campione e che la giunzione sia circa 5-6 mm sotto alla superficie del liquido.

A2.3.4 Esecuzione della titolazione

- Dopo aver selezionato il metodo, premere il tasto "start/stop".
- Il titolatore chiederà il peso del campione. Inserire il valore esatto della pesata (a 4 cifre), quindi premere <Accetta>.
- A questo punto viene visualizzato il volume calcolato di titolante 1, che può essere modificato dall'operatore. Questo è il volume che verrà dosato nella prima fase della titolazione di ritorno.
- Premere <Continua> per procedere.
- Il titolatore inizierà a dosare il titolante 1 (HCl).
- Alla fine di questa fase si fermerà e visualizzerà la schermata *"Continue Back Titration".*

Continue Back Titration

The pump used for second phase is:

Titrant 2 pump: Pump 2

Timer
00:00:29

Press "Continue" to start the second phase or "Abort" to cancel.

Continue	Abort	Select Pump	Burette	Reset Timer

- Spostare l’agitatore verso l’alto.
- Togliere il beaker e metterlo su una piastra riscaldante.
- Riscaldare lentamente fino a che scompare completamente l’effervescenza, quindi far bollire per un paio di minuti. Una parte del materiale inattivo delle compresse potrebbe non sciogliersi, ma questo non dovrebbe interferire con la titolazione.
- Far raffreddare la soluzione a temperatura ambiente e posizionare di nuovo il beaker sotto all’agitatore.
- Abbassare l’agitatore, regolando l’altezza con il collare di posizionamento in modo che l’elica sia il più vicino possibile al fondo del beaker.
- Premere <Continua> per procedere con l’analisi.
- Questa fase è una normale titolazione con rilevazione del punto equivalente.

Appendice 3. Indice

A3 PUNTI EQUIVALENTI MULTIPLI (solo per HI 902)

A3.1 Applicabilità

Quando si vuole determinare:

- la concentrazione dei componenti di una miscela sintetica (per es. miscela di HCl, CH_3COOH, NH_4Cl).
- la concentrazione di un acido poliprotico nei suoi stadi di ionizzazione titolabili (per es. per l'acido H_3PO_4 si avranno due punti equivalenti in matrice acquosa).

A3.2 Titolazione con punti equivalenti multipli

Con le informazioni fornite qui sopra, impostare i parametri del metodo come segue:

- Impostare la modalità di fine titolazione come individuazione del punto equivalente (mV o pH).
- Impostare il numero di punti equivalenti da individuare (fino a 5 punti).

Number of Equivalence Points

Enter the number of equivalence points
to be found.

3 points

The range is between 1 and 5 equivalence
points.

Accept	Escape	Delete Digit		

- Selezionare la determinazione del punto di fine (come in una titolazione standard).
- Impostare i rimanenti parametri del metodo e salvare le modifiche.

A3.3 Esempio di titolazione

Qui di seguito viene descritto un esempio di titolazione a più punti equivalenti, in particolare la titolazione con idrossido di sodio di una miscela contenente HCl, CH_3COOH e NH_4Cl.

Durante questo tipo di titolazione l'utente può visualizzare una serie di informazioni.

- Dopo la rilevazione del primo punto equivalente, si attiverà il pulsante <Vedi dettagli> e verrà visualizzato il numero di punti equivalenti individuati.

16:17:25 Jun 21 2006

HCl + NH4Cl + CH3COOH

3.1328E-2 N (eq/L)

EQ points detected: 1 1500/1500 RPM

In Progress

Pump 1 Running
Burette: 25 mL
Volume Delivered
0.727 mL

ATC
35.2 °C

Unstable
mV
181.6

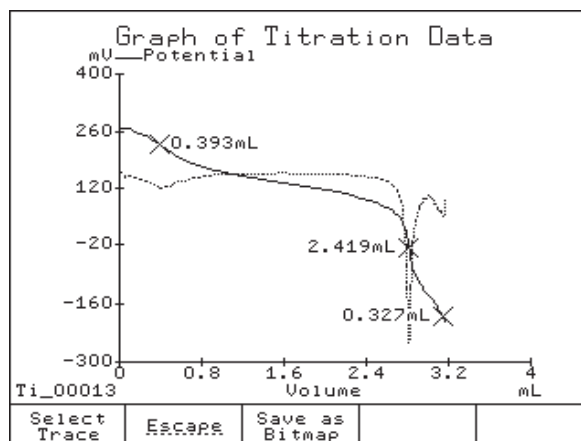
View Details | View Curve | Suspend | Stop

Premendo <Vedi dettagli> verrà visualizzata una schermata di rapporto titolazione contenente informazioni riguardanti tutti i punti equivalenti individuati fino a quel momento.

EQ Points Report

	mV	Volume [mL]	Results [N (eq/L)]
EQ1:	228.4	0.393	3.6710E-2

Escape

- Graficamente i punti equivalenti vengono contrassegnati con una “x” sulla curva di titolazione, con accanto l’indicazione del volume di titolante dosato.

Questi volumi sono calcolati come segue:

- per il primo punto equivalente, come volume dosato dall’inizio della titolazione fino a quel momento
- per i successivi punti, come differenza tra il volume totale dosato e la somma dei volumi relativi ai punti equivalenti precedentemente individuati

La concentrazione finale è calcolata utilizzando la formula selezionata nell’opzione ”Calcoli” nella schermata “Vedi/modifica metodo”.

Appendice 4. Indice

A4 ACCESSORI

A4.1 Soluzioni

A4.1.1 Soluzioni tampone pH

HI 7001M	Soluzione a pH 1.68, 250 ml
HI 7001L	Soluzione a pH 1.68, 500 ml
HI 7004M	Soluzione a pH 4.01, 250 ml
HI 7004L	Soluzione a pH 4.01, 500 ml
HI 7006M	Soluzione a pH 6.86, 250 ml
HI 7006L	Soluzione a pH 6.86, 500 ml
HI 7007M	Soluzione a pH 7.01, 250 ml
HI 7007L	Soluzione a pH 7.01, 500 ml
HI 7009M	Soluzione a pH 9.18, 250 ml
HI 7009L	Soluzione a pH 9.18, 500 ml
HI 7010M	Soluzione a pH 10.01, 250 ml
HI 7010L	Soluzione a pH 10.01, 500 ml

A4.1.2 Soluzioni tampone pH in flaconi conformi FDA

HI 8004L	Soluzione a pH 4.01, 500 ml
HI 8006L	Soluzione a pH 6.86, 500 ml
HI 8007L	Soluzione a pH 7.01, 500 ml
HI 8009L	Soluzione a pH 9.18, 500 ml
HI 8010L	Soluzione a pH 10.01, 500 ml

A4.1.3 Soluzioni di pulizia elettrodi

HI 7061M	Soluzione di pulizia per uso generale, 250 ml
HI 7061L	Soluzione di pulizia per uso generale, 500 ml
HI 7073M	Soluzione di pulizia da proteine, 250 ml
HI 7073L	Soluzione di pulizia da proteine, 500 ml
HI 7074M	Soluzione di pulizia da sostanze inorganiche, 250 ml
HI 7074L	Soluzione di pulizia da sostanze inorganiche, 500 ml
HI 7077M	Soluzione di pulizia da oli e grassi, 250 ml
HI 7077L	Soluzione di pulizia da oli e grassi, 500 ml

A4.1.4 Soluzioni di pulizia elettrodi in flaconi conformi FDA

HI 8061M Soluzione di pulizia per uso generale, 250 ml
HI 8061L Soluzione di pulizia per uso generale, 500 ml
HI 8073M Soluzione di pulizia da proteine, 250 ml
HI 8073L Soluzione di pulizia da proteine, 500 ml
HI 8077M Soluzione di pulizia da oli e grassi, 250 ml
HI 8077L Soluzione di pulizia da oli e grassi, 500 ml

A4.1.5 Soluzioni di conservazione elettrodi

HI 70300M Soluzione di conservazione, 250 ml
HI 70300L Soluzione di conservazione, 500 ml

A4.1.6 Soluzioni di conservazione elettrodi in flaconi conformi FDA

HI 80300M Soluzione di conservazione, 250 ml
HI 80300L Soluzione di conservazione, 500 ml

A4.1.7 Soluzioni di ricarica elettrodi

HI 7071 Soluz. elettrolitica, 3.5M KCl + AgCl, per elettrodi a giunzione singola (4x30 ml)
HI 7072 Soluzione elettrolitica, 1M KNO_3, 4x30 ml
HI 7082 Soluzione elettrolitica, 3.5M KCl, per elettrodi a giunzione doppia (4x30 ml)

A4.1.8 Soluzioni di ricarica elettrodi in flaconi conformi FDA

HI 8071 Soluz. elettrolitica, 3.5M KCl + AgCl, per elettrodi a giunzione singola (4x30 ml)
HI 8072 Soluzione elettrolitica, 1M KNO_3, 4x30 ml
HI 8082 Soluzione elettrolitica, 3.5M KCl, per elettrodi a giunzione doppia (4x30 ml)

A4.1.9 Soluzioni di pre-trattamento ORP

HI 7091M Soluzione di pre-trattamento riducente, 250 ml
HI 7091L Soluzione di pre-trattamento riducente, 500 ml
HI 7092M Soluzione di pre-trattamento ossidante, 250 ml
HI 7092L Soluzione di pre-trattamento ossidante, 500 ml

A4.1.10 Reagenti per titolazioni

HI 70455 Soluzione titolante, NaOH 0.01 N, 1 litro
HI 70456 Soluzione titolante, NaOH 0.1 N, 1 litro
HI 70457 Soluzione titolante, NaOH 1 N, 1 litro
HI 70458 Soluzione titolante, H_2SO_4 0.01 M, 1 litro
HI 70459 Soluzione titolante, H_2SO_4 0.05 M, 1 litro
HI 70462 Soluzione titolante, HCl 0.01 N, 1 litro
HI 70463 Soluzione titolante, HCl 0.1 N, 1 litro
HI 70464 Soluzione titolante, HCl 1 N, 1 litro

A4.2 Sensori

A4.2.1 Elettrodi pH combinati

HI 1043B / HI 1040S
Corpo in vetro, doppia giunzione, ricaricabile.
Uso: acidi e basi forti.

HI 1048B
Corpo in vetro, diaframma in vetro smerigliato, collare in PTFE, ricaricabile.
Uso: mosto e vino.

HI 1053B / HI 1050S
Corpo in vetro, giunzione ceramica tripla, punta conica, ricaricabile.
Uso: emulsioni.

HI 1083B
Corpo in vetro, micro, riempimento a Viscolene, non ricaricabile.
Uso: biotecnologie, micro titolazioni.

HI 1131B / HI 1111S
Corpo in vetro, giunzione singola, ricaricabile.
Uso: applicazioni generali.

HI 1230B / HI 1210S
Corpo in plastica PEI, doppia giunzione, riempimento a gel.
Uso: applicazioni generali.

HI 1330B / HI 1310S
Corpo in vetro, semi-micro, giunzione singola, ricaricabile.
Uso: laboratorio.

HI 1331B / HI 1311S
Corpo in vetro, semi-micro, giunzione singola, ricaricabile.
Uso: beute e matracci.

HI 1332B / HI 1312S
Corpo in plastica PEI, doppia giunzione, ricaricabile.
Uso: applicazioni generali.

HI 1413B / HI 1410S
Corpo in vetro, giunzione singola, punta piatta, riempimento a Viscolene.
Uso: misure su superfici.

HI 2031B / HI 2020S
Corpo in vetro, semi-micro, punta conica, ricaricabile.
Uso: prodotti semi-solidi.

FC 100B
Corpo in plastica PVDF, doppia giunzione, ricaricabile.
Uso: applicazioni generali nell'industria alimentare.

FC 200B / FC 200S
Corpo in plastica PVDF, giunzione singola, punta conica, riempimento a Viscolene.
Uso: carne e formaggio.

FC 210B
Corpo in vetro, doppia giunzione, punta conica, riempimento a Viscolene.
Uso: latte, yogurt.

FC 220B
Corpo in vetro, giunzione singola, ricaricabile.
Uso: produzione alimentare e vino

FC 911B
Corpo in plastica PVDF, doppia giunzione, sensore di temperatura incorporato, ricaricabile.
Uso: ambienti molto umidi.

A4.2.2 Elettrodi ORP combinati

HI 3131B / HI 3111S
Sensore in platino, corpo in vetro, ricaricabile.
Uso: titolazioni.

HI 3230B / HI 3210S
Sensore in platino, corpo in plastica PEI, riempimento a gel.
Uso: applicazioni generali.

HI 4430B / HI 4410S
Sensore in oro, corpo in plastica PEI, riempimento a gel.
Uso: applicazioni generali.

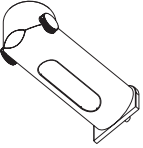
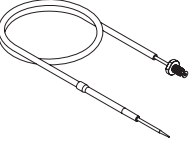
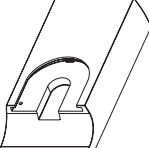
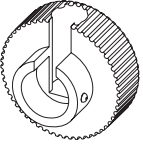
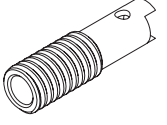
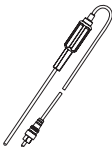
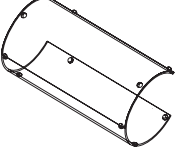
A4.2.3 Elettrodi a semi-cella

HI 2110B
Semi-cella pH con corpo in vetro.
Uso: applicazioni generali.

HI 5311
Semi-cella di riferimento Ag/AgCl, ricaricabile, con corpo in vetro, doppia giunzione, connettore a banana da 4 mm, cavo 1 m.
Uso: applicazioni generali con temperatura variabile su ampio intervallo.

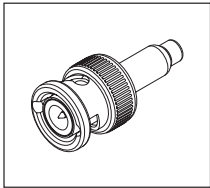
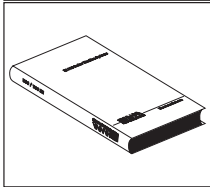
HI 5412
Semi-cella di riferimento al calomelano, ricaricabile, con connettore a banana da 4 mm e cavo 1 m.
Uso: applicazioni generali a temperatura costante.

A4.2.4 Cavi di prolunga per elettrodi con connettore a vite (connettori a vite e BNC)

HI 7855/1
Cavo di prolunga, lunghezza 1 m.

A4.2.5 Sonde di temperatura

HI 7662-T
Sonda di temperatura con cavo 1 m.

A4.3 Componenti del titolatore

Componente	Componente
Pompa di ricambio	Elica
Buretta (5, 10, 25 ml)	Asta di supporto per agitatore con collare e vite di posizionamento
Tubo di aspirazione con guaina di protezione	Base di supporto per agitatore
Tubo di dosaggio con puntale e guaina di protezione	Coperchio per chiusura alloggiamento buretta non utilizzato
Blocca tubo	Viti con testa in plastica per fissaggio buretta
Attrezzo per montaggio valvola e rimozione tappo buretta	Sonda di temperatura
Schermo protettivo per buretta	Cavo di alimentazione
Agitatore ad elica	Cavo di interfaccia RS232 per connessione a PC

Cappuccio BNC

Raccoglitore con manuale di istruzioni

Dischetto di start-up